(19) 日本国特許庁 (JP)

21/203

21/3205

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公照番目

-312973

(43)公開日 平成10年(1998)11月24日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

H01L 21/28

301

FΙ

H01L 21/28

301R

21/203

S

21/88

N

## 審査請求 未請求 請求項の数21 OL 外国語出顧 (全 51 頁)

(21)出願番号

特顯平10-122623

(22)出願日

平成10年(1998) 3月27日

(31)優先権主張番号

08/824911

(32)優先日

1997年3月27日

(33)優先権主張国

米国(US)

(71)出願人 390040660

アプライド マテリアルズ インコーポレ

APPLIED MATERIALS, I

NCORPORATED

アメリカ合衆国 カリフォルニア州

95054 サンタ クララ パウアーズ ア

ペニュー 3050

(72)発明者 ケニー キングータイ ンガン

アメリカ合衆国、 カリフォルニア州。

フリーモント. キャメロン ヒルズ ド

ライヴ 43793

(74)代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外4名)

最終頁に続く

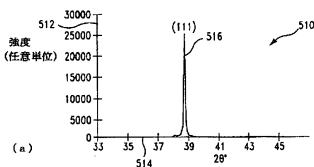
(54) 【発明の名称】

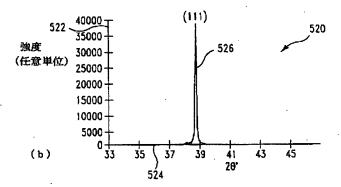
{111} 配向性の高いアルミニウムインターコネクトを実現するTi/TiN/TiNAx▼下

#### (57)【要約】

【課題】 電子移動の性能を改善しまたリソグラフィー プロセスステップを有利にする目的で、バリア層のアル ミニウムの {111} 含有率を上げる。

【解決手段】 IMP技術を用いて(Ti又はTi Nx) / TiN/TiNxバリア層を堆積する場合に、T i又はTiNxである第1層の厚さを約100オングス トローム以上、~約500オングストロームまで(表面 形状の幾何関係がこの厚みの上限を制限する)までの範 囲に厚くし、TiNの第2層を約100オングストロー ム以上約800オングストローム以下(好ましくは約6 00オングストローム以下)の範囲に薄くし、TiNx の第3層の形成を制御してTi含有率が約50原子パー セントチタン(ストイキオメトリック)~約100原子 パーセントチタンとなるようにすることにより、(Ti 又はTiNx)/TiN/TiNxバリア層を改良するこ とができる。第1層がTiNxである場合は、Tiの原 子パーセントは少なくとも約40パーセントである。





#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】a)約100オングストローム~約500 オングストロームの厚さを有する、Ti又はTiNxの 第1層と、

- b) 約100オングストローム~約800オングストロ ームの厚さを有するTiNの第2層と、
- c) 約15オングストローム~約500オングストロー ムの厚さを有する第3層とを備えた構造を有するバリア 層。

【請求項2】 前記第1の層がTiNxである場合のT i含有率が少なくとも40原子パーセントである請求項 1に記載のバリア層。

【請求項3】 TiNの前記第2層の厚さが、約500 オングストローム以下である請求項1に記載のバリア 層。

【請求項4】 TiNxの前記第3層の厚さが約400 オングストローム以下である請求項3に記載のバリア 層。

【請求項5】 TiNxの前記第3層のTi含有率が、 約50原子パーセント~約100原子パーセントの範囲 20 ストロームである請求項16に記載の方法。 にあり、且つ前記第3層の開始部分が約50原子パーセ ントで終了部分が約100原子パーセントである勾配に 従う、請求項1に記載のバリア層。

【請求項6】 前記100原子パーセントのTi成分で ある厚みが約15オングストローム~約300オングス トロームである請求項5に記載のバリア層。

【請求項7】 TiNxの前記第3層の表面上に形成さ れたアルミニウム含有導電層を有する請求項1に記載の バリア層。

【請求項8】 TiNxの前記第3層の表面上に形成さ れたアルミニウム含有導電層を有する請求項5に記載の バリア層。

【請求項9】 前記アルミニウム含有層のアルミニウム 含有率が、少なくとも90原子パーセントである請求項 7に記載のバリア層。

【請求項10】 前記アルミニヴム含有層のアルミニウ ム含有率が、少なくとも90原子パーセントである請求 項8に記載のバリア層。

【請求項11】 前記アルミニウム含有層が、結晶学的 な {200} 含有率がほぼゼロを示す請求項9に記載の バリア層。

【請求項12】 前記アルミニウム含有層が、結晶学的 な {200} 含有率がほぼゼロを示す請求項10に記載 のバリア層。

【請求項13】 前記アルミニウム含有層が、150パ ーセントを越える反射率を示す請求項11に記載のバリ

【請求項14】 前記アルミニウム含有層が、190パ ーセントを越える反射率を示す請求項12に記載のバリ ア層。

【請求項15】 アルミニウム含有層/Ti/TiN/ TiNx構造体を製造する方法であって、前記アルミニ ウム含有層の結晶配向がほぼ {111} であり、前記方 法が、

- a) IMP技術を用いて、Ti又はTiNxの第1層を 厚さ約100オングストローム~約500オングストロ ームに形成し、
- b) 反応性 I M P 技術を用いて、T i N の第2層を厚さ 約100オングストローム~約800オングストローム 10 に形成し、
  - c) 反応性 I M P 技術を用いて、Ti N x の第3層を厚 さ約15オングストローム~約150オングストローム に形成する工程を備える方法。

【請求項16】 TiNxの前記第3層の反応性IMP 堆積の前記工程で、窒素の含有率を制御して、TiNx の前記第3層の表面のTi成分を100原子パーセント とする請求項15に記載の方法。

【請求項17】 前記100原子パーセントのTi成分 である厚みが約15オングストローム~約300オング

【請求項18】 前記バリア層の堆積が、約400℃未 満の基板温度で行われる請求項15に記載の方法。

【請求項19】 前記バリア層の堆積が、約200℃以 下の基板温度で行われる請求項18に記載の方法。

【請求項20】 TiNxの前記第3層の形成が、約 0. 5mT~約30mTのプロセスチャンバ圧力で行わ れる請求項18に記載の方法。

【請求項21】 前記圧力が約10mT以下である請求 項20に記載の方法。

【発明の詳細な説明】 30

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、 {111} 結晶配 向アルミニウムの程度の高いアルミニウム充填を与えつ つもアスペクト比の高いバイアをウォームアルミニウム で充填することを可能にする、特定の(Ti又はTiN x) /TiN/TiNxの、バリア/ウェット層構造に関 する。

[0002]

【従来の技術】隣接し合うアルミニウムやシリコン等の 40 材料の層と層の間の拡散を防止するためのバリア層とし て、窒化チタン層が半導体デバイス構造に用いられてき た。しかし、窒化チタンバリア層の表面上に堆積するア ルミニウムの結晶配向は通常、多結晶であり、多結晶ア ルミニウムは電子移動に対する抵抗性が低い。

【0003】Ti/TiN/TiNxスタック等の集積 回路のインターコネクト(相互接続部)を形成する場合 において、形成されたアルミニウムの {111} 結晶配 向の程度が高くない場合、アルミニウム層中のアルミニ ウム原子の電子移動が問題となる。アルミニウム原子の 50 電子移動が生じれば、集積回路内にオープンサーキット

4

が発生することがあるため、このような電子移動は抑制 又は排除されるべきである。アルミニウムの電子移動 は、充填されたバイアにおいても同様に生じることがあ り、コンタクトの導電性を損ねてしまう。

【0004】1990年7月31日発行のLuらへの米国特許第4、944、961号には、半導体ウエハ等の基板上にメタルやメタルアロイを部分的にイオンビームにより堆積するためのプロセスが記載されている。るつばから気化したメタルはるつぼの出口でその一部がイオン化し、このイオン化した蒸気がバイアスの作用により基板に引き付けられる。基板温度を制御することにより、トレンチやバイア等のステップ状の表面を倣わずに(非共形に)覆うことができることが記載されている。高温を用いればステップ状の表面を平坦にできる。そこに与えられている実施例はアルミニウムの堆積のためのであり、基板温度が約150℃~約200℃で非共形の堆積が遂行され、基板温度が約250℃~約350℃で平坦化の堆積が遂行される。

【0005】S.M.Rossnagel及びJ.Hopwoodは、J. Vac. Sci. Technol. B. Vol. 12, No. 1, Jan/Feb 1994 の "M etal ion deposition from ionized magnetron sputter ingdischarge" (イオン化マグネトロンスパッタリング 放電からのメタルイオンの堆積)と題する論文において、従来のマグネトロンスパッタリングを、スパッタリングカソードと基板の間の領域で高密度の誘導結合RFプラズマに組み合わせる技術を開示している。そこに与えられている実施例の1つは反応性スパッタリングを用いた窒化チタン膜の堆積のためのものであり、チタンカソードを用い、アルゴンガスと窒素ガスの混合ガスから生成したプラズマと組み合わせるものである。

【0006】1993年11月16日発行のChoらへの米国特許第5、262、361号には、シリコン(111)等の基板上に単結晶アルミニウム膜を形成するための方法が記載される。その目的は、アルミニウムの電子移動に対する抵抗性を高めるというものである。温度約300~~約400℃でシリコンウエハ表面上に真空蒸着技術により、電気的に中性なアルミニウムが堆積される。

【0007】1996年8月6日発行のYamadaへの米国特許第5,543,357号には、半導体デバイスの製造方法であって、アルミニウムアロイ膜に対する下層として窒化チタン膜を用いて、このアルミニウムアロイ膜のデバイス特性の劣化を防ぐ技術が記載される。窒化チタン膜の厚みは、アルミニウムアロイ膜の厚さの10%以下に設定され、厚くても25nmである。シリコンを含有しないアルミニウムアロイの場合では、チタン膜の厚みはアルミニウムアロイ膜の厚みの5%以下に設定される。アルミニウム膜の形成は、基板温度200℃以下でスパッタリングプロセスにより行われ、アルミニウム

膜又はアルミニウムアロイ膜がバイアホールを充填する際、アルミニウムが流動化するよう基板が加熱される。アルミニウム膜の形成及びこの流動化を行っている間の圧力は、10<sup>-7</sup>トール以下である。窒化チタンバリア層を層間絶縁膜の上(又はこの絶縁膜の上に予め形成したチタン膜の上)に形成し、この窒化チタン膜の上にアルミニウム膜を形成してもよい。窒化チタンバリア層の形成後に、窒素雰囲気下でハロゲンランプによりバリア層を約600~700℃に加熱し、窒化していないチタンを窒化する。未窒化のチタンが層中に存在すれば窒化チタンバリア層はバリア層としてよくないと述べられている。

【0008】1996年11月5日に発行のchenらの米 国特許第5,571,752号には、集積回路のサブミ クロン半導体層のパターニングの方法が開示される。具 体例の1つでは、チタン又は窒化チタンがスパッタ堆積 により厚さ約300~2000オングストロームで形成 され、これがコンタクト開口の底部に達する。このチタ ン又は窒化チタンの上には、髙融点金属又は髙融点金属 シリサイドの共形な導電層が化学気相堆積(CVD)に より形成される。そして、この共形導電層の上に、第2 の導電層(典型的にはアルミニウム)が形成される。こ のアルミニウムは、好ましくは約100℃~400℃の 温度にてスパッタされる。この方法では、アルミニウム 膜にサイズの大きな粒子(グレイン)が形成されること を防止することにより、デバイス幾何設計を小さくする 要請があるコンタクト開口を充填することが可能になる と述べられている。

【0009】1995年8月7日に出願のXuらによる米国特許出願第08/511、825号では、キャリア層として作用する窒化チタン含有バリア層を形成する方法を記載する。このキャリア層により、従来技術の方法よりも低い温度において、アスペクト比の高いバイア、ホールやトレンチ等のアパーチャを充填することができ、また、このキャリア層の上に堆積した導電膜を平坦化することができる。

【0010】1996年11月21日に出願のNganらによる米国特許出願第08/753.251号では、コンタクトバイアの表面上に窒化チタン含有バリア層を生成する方法が記載される。ある特定のコンタクトの幾何関係に対して、窒化チタン万有バリア層の形成中にリアクタの圧力を下げれば、バイアの側壁上のバリア層の厚みは増加する。このことにより、アルミニウムの充填についてはバイアの側壁沿って移動することが容易となり、その結果、バイアの充填が良好になる。特に、バリア層がアルミニウムとわずかに反応してアルミニウムをバイアの側壁に沿って引き込むためには、バリア層を備えた窒化チタンには最小厚みと最小チタン含有率とが必要になる。

50 【0011】Nganによる出願中の米国特許出願(Attorne

y Docket No. 1819)には、堆積した窒化チタンバリア層の結晶配向を制御するために用いることができる様々な処理技術が開示されている。更に、窒化チタンバリア層の {200} 結晶配向を増加させることにより、この層の抵抗率が上昇する。

5

【0012】「従来型のスパッタリングによる」窒化チタン含有膜ないし層は、アルゴン等の不活性ガスを窒素ガスと組み合わせて生成したプラズマにチタンターゲットを接触させることにより、基板上に堆積する。ターゲットからスパッタされたチタンの一部は、プラズマにより既に活性化している窒素ガスと反応して窒化チタンを生成し、この気相混合物が基板に接触して基板上に層を形成する。このような従来型のスパッタリングによる窒化チタン含有層はコンタクトバイアのホットアルミニウムフィル(充填)に対する濡れ層として作用することができるが、基板表面温度が約500℃よりも低くては、一般に、バイアに良好な充填性を与えることができない。

#### [0013]

【発明が解決しようとする課題】低い温度でのアルミニ ウム充填を与えるため、Xuら (米国特許出願第08/5 11.825号に記載)は、低い温度(例えば約350 ℃程度)でもアルミニウムがバリア層表面に流動するこ ことを可能にする、スムーズなキャリア層として作用する 窒化チタン含有バリア層を生成する技術を開発した。Xu らに記載された典型的なバリア層は、3つの層の組み合 わせであり、これは、バイア表面上に堆積したチタンの 第1層(Ti)と、チタンの第1層の表面上に堆積した 窒化チタンの第2層(TiN)と、TiNの第2層の上 に堆積したTiNx層である。これら3層はイオンメタ ルプラズマ(IMP)技術により抵抗率されるが、この 技術については後述する。典型的な態様では、チタンの 第1層は厚さ100オングストローム~200オングス トロームであり、TiNの第2層は厚さ800オングス トローム、TiNxの第3層は厚さ60オングストロー ムである。直径0. 25μmでアスペクト比が約5の穴 を有するコンタクトバイアへ良好な充填が実現できたも のの、アルミニウムの結晶配向は {111} の割合が低 く、その結果、アルミニウムインターコネクトの電子移 動(EM)性能が低くなる。更に、ナノスコープで測定 したこのアルミニウムの反射率は、Siを参照値とした 場合に約50%未満であり、その後のリソグラフィーに おけるインデックスが非常に困難になる。従って、EM 性能を改善しまたリソグラフィープロセスステップを有 利にする目的で、アルミニウムの {111} 含有率を上 げることが望ましい。

## [0014]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、IMP技術を用いて(Ti又は $TiN_X$ )/ $TiN/TiN_X$ バリア層を堆積する場合に、Ti又は $TiN_X$  である第1層

の厚さを約100オングストローム以上、~約500オ ングストロームまで(表面形状の幾何関係がこの厚みの 上限を制限する)の範囲に厚くし、TiNの第2層を約 100オングストローム以上約800オングストローム 以下(好ましくは約600オングストローム以下)の範 囲に薄くし、TiNxの第3層の形成を制御してTi含 有率が約50原子パーセントチタン(ストイキオメトリ ック)~約100原子パーセントチタンとなるようにす ることにより、(Ti又はTiNx)/TiN/TiNx バリア層を改良することができる。第1層がTiNxで ある場合は、Tiの原子パーセントは少なくとも約40 パーセントである。この第1層は、100原子パーセン トチタンであることが好ましい。更に、TiNx第3層 の形成が、TiN第2層の形成の終了時に行われ、Ti 含有率の勾配が、ストイキオメトリックなTi含有率で 始まりTi含有率が約100原子パーセントで終わるよ うな勾配を示すことが好ましい。TiNx第3層の厚み は、約15オングストローム~約500オングストロー ムであることが好ましく、100原子パーセントTiの 20 分の厚さが約15オングストローム~約300オングス トロームであることが好ましい。この優れた(Ti又は TiNx) / TiN/TiNxバリア層により、アルミニ ウムインターコネクトやアルミニウムバイア充填部を堆 積する際にこのアルミニウムが高い {111} 結晶配向 性を示すようにすることが可能となる。更に、このよう に得られたアルミニウム層は、436nmでの反射率が 150パーセント以上を示す。このような構造を有する (Ti又はTiNx)/TiN/TiNxバリア層が表面 形状のライン形成に用いられる場合は、サイズが約0. 25μmでアスペクト比が6:1にもなる表面形状に対 して、スパッタアルミニウムによりこの表面形状を完全 に充填することが可能となる。

6

【0015】 $TiN_X$ 第3層の堆積は、基板温度が約5 0  $\mathbb{C}$   $\sim$  約500 $\mathbb{C}$ (好ましくは約200 $\mathbb{C}$ )で行われる。デバイス構造体がインターコネクトである場合は、 $TiN_X$ 第3層の堆積は、圧力約5m T  $\sim$  約40m T で行うことが可能である。デバイス表面形状がバイアである場合は、 $TiN_X$ 第3層の堆積は、より低い圧力約5m T  $\sim$  約10m T (好ましくは約10m T )にて行う方がよい。次いで、アルミニウム充填物が、基板温度約350 $\mathbb{C}$   $\sim$  約500 $\mathbb{C}$  (好ましくは約400 $\mathbb{C}$ )で堆積される。このアルミニウムの堆積は、低い圧力約1m T  $\sim$  約4m T (好ましくは約2m T)で行われる。

#### [0016]

【発明の実施の形態】本発明の開示内容は、Ti/Ti N/TiNxバリア層の構造体及びこの構造体の形成方 法に関するものである。このTi/TiN/TiNxバ リア層構造体によれば、この上に堆積するアルミニウム 層が、{111}結晶配向の含有率が高くなり反射率が 50 約150%よりも高くなる。更に、このバリア層によ 7

り、サイズが約0.  $25 \mu \text{m}$ でアスペクト比が5:1以上の表面形状に対して、「ウォームアルミニウム」でバイアを充填することが可能になる。

【0017】(1. 定義) 詳細な説明に入る前に、明細書及び特許請求の範囲の記載においては、特に明記した場合を除いて、単数で示されているものには複数も含まれることとする。従って、例えば、「半導体」なる語には半導体の特性を有することが知られている種々多様な材料が含まれるものであり、「プラズマ」にはRFグロー放電により活性化したガスないしガス反応物が含まれ、「コンタクト材料」には、ここに記載される温度範囲においてスパッタすることが可能となるような融点を有する導電材料、例えばアルミニウム、アルミニウムアロイやその他の導電材料が含まれる。

【0018】本発明を説明するに当たり特に重要な語を以下に定義する。

【0019】「AFM」(Atomic Force Microscope)なる語は、膜表面粗さの測定に通常用いられる技術のことであり、マイクロプローブを膜表面に接触させて膜の端から端まで走査し、このマイクロプローブの機械運動をデジタル信号に変換してこれをプロットするものである。一連のプロットを編集して、その編集結果から表面粗さを算出する。

【0020】「アルミニウム」なる語には、半導体産業で通常一般に用いられるタイプのアルミニウムのアロイが含まれる。このアロイには、例えば、アルミニウムー銅アロイやアルミニウムー銅ーシリコンアロイが含まれる。ここに記載される好ましい具体例では、銅約0.5%を有するアルミニウムに対して用いられている。

【0021】「アスペクト比」なる語は、電気接触部が配置される開口の高さ寸法と幅寸法の比のことをいう。例えば典型例としては、多数の層を貫いて管状に伸びるバイア開口は高さと直径を有しているが、この場合アスペクト比はこの管状部の高さを直径で除したものである。トレンチのアスペクト比は、トレンチの高さをその底部における最小行程幅で除したものである。

【0022】「表面形状」なる語は、基板表面の立体形状を形成するコンタクト、バイア、ホール、トレンチその他の構造体のことをいう。

【0023】「スパッタイオン堆積」なる語及び「イオンメタルプラズマ(IMP)」なる語は、スパッタ堆積(好ましくはマグネトロンスパッタリング:ターゲットの裏側にマグネットアレイが配置される)のことをいう。高密度誘導結合RFプラズマをスパッタリングカソードと基板支持電極の間に配置することにより、スパッタ放出物の少なくとも一部が基板表面に到達する時点でイオンの形態になっている。

【0024】「反応性イオン堆積」又は「反応性イオンメタルプラズマ(IMP)」なる語は、イオン堆積スパッタリングにおいて、スパッタリング工程中に反応性ガ

スを供給して、これをスパッタされたイオン化材料と反応させ、反応性ガスの元素を含むスパッタイオン堆積化 合物を生成するものをいう。

【0025】「反射率」なる語は、Siを参照としてナ ノスコープにより測定された反射率をいう。

【0026】「SEM」なる語は、走査電子顕微鏡のことをいう。

【0027】「従来型のスパッタリング」なる語は、基板上に膜層を形成する方法であって、ターゲットをスパ10ッタしターゲットからスパッタされた材料がターゲットと基板の間を通過して基板上に膜層を形成するものであり、ターゲットからスパッタされた材料の大部分を基板到達前にイオン化させるための手段を有していないものをいう。このような従来型のスパッタリングのための装置構成の1つが、米国特許第5,320,728号に開示されている。このような従来型のスパッタリングの構成においては、ターゲットからスパッタされたターゲット材料の中でイオン化された分のパーセンテージは10%未満であり、更に典型的には1%未満である。

【0028】「ウォームアルミニウム」なる語は、従来型のスパッタリング技術を用い、アルミニウム形成中の基板温度を約350℃~約450℃にして形成したアルミニウムをいう。

【0029】「XPS(X-ray Photoelectron Spectrosc opy)」なる語は、X線光電子分光(ESCA:Electron Specroscopy for Chemical Analysisとしても知られている)のことをいい、X線ビームを被検体に照射する技術である。被検体の原子組成及びこれに対応する各元素の結合エネルギーの特性である光電子が放出され、これを電子エネルギーアナライザにより検出する。測定された光電子の運動エネルギーを、感度係数を用いて、被検体中の元素組成の原子パーセントに変換する。被検体表面の原子パーセント組成の検出に加えて、厚さプロファイルにより、被検体の厚さ方向の組成の情報も得ることができる。このケースでは、被検体の物質が、アルゴンイオン等の不活性ガスイオンを用いて増加的にスパッタされる。これら各増分についてXPS分析が行われる。

【0030】「XRD(X-Ray Diffraction): X線回折」なる語は、結晶配向の測定に通常用いられる技術のことをいい、被測定材料に特定の波長の放射を通過させ、この通過の際に当該材料により生じた放射の回折を測定するものである。回折パターンを表すマップを作成し、このマップを基に結晶配向を計算する。

【0031】(2. 本発明を実施するための装置)本発明の方法を遂行することができる装置としては、アプライドマテリアルズ社のエンデュラ統合型処理システムが挙げられる。このプロセスシステムを特に図面には示さないが、図1に示される処理要素は、上記の統合型処理システムに含まれる低圧プロセスチャンバの1つの内部で動作させることが可能なものである。上記のシステム

は米国特許第5、186、718号及び米国特許第5、236、868号に開示されている。図1に示されるように、表面がスムーズで抵抗率の低い本発明の窒化チタンバリア層を形成するための低圧プロセスチャンバは、標準的なスパッタマグネット110(スパッタリングプラズマを閉じ込めてスパッタリング速度の上昇を可能にするための)と、約24kWの電力レベルで動作が可能なスパッタリングターゲットカソード112とを採用している。

9

【0032】(第1例)本発明のTi/TiN/TiN xバリア層を形成するには、直径14インチ(35.5 cm)のチタンターゲットカソードが用いられ、このカ ソードに対して約4kW~約8kWの範囲のDC電力が 印加される。直径8インチ(20.3cm)のシリコン ウエハを含む基板118が、ターゲットカソード112 から約5. 5インチ(14cm)の距離で配置される。 巻き数が少なくとも1巻き~10巻き(好ましくは約1 ~3巻き)のコイル114に対してRF電力を約100 kHz~約60MHz (好ましくは約2MHz) の範囲 及び約0. 5kW~約6kW(好ましくは約1. 5kW ~約4.0kW)の範囲のワット数で印加することによ り、高密度誘導結合RFプラズマが、ターゲットカソー ド112と基板118の間に生成する。典型的には、こ のコイルは水冷が可能なメタルの管から作製され、直径 は約0.125インチ(0.32cm)である。しか し、所望の機能を与えるシートやリボンその他の形態か ら作製されてもよい。コイル114はターゲット112 と基板118の間のプラズマ領域を包囲している。典型 的には、基板118又は基板支持体120に0~約-3 00VのDCの基板バイアス電圧を印加して(好ましく は約100W)、プラズマからのイオンを基板に引き付 けるDC自己バイアスを発生させてもよい。

【0033】窒化チタンバリア層の形成のための好まし い装置では、プラズマに誘導結合してスパッタ材料をイ オン化するためにコイルを用いているが、チタンのイオ ン化のための他の手段も考慮できる。例えば、米国特許 第4, 911, 814号に図示及び記載されるようなE CRソースや、米国特許第4, 990, 229号に図示 されるようなヘリコンタイプのカップリングデバイスが 具体的に考慮される。イオン化パーセンテージが10~ 100%の堆積粒子のイオン化流を供給できるその他の 同様の装置であれば、本発明に有用なものとして考慮さ れる。チタン原子をイオン化して窒素イオンと反応させ 窒化チタンを形成するためためのチタン原子の形成用の 好ましい装置はスパッタリングの技術を用いて形成され ることが好ましいが、チタン原子を形成するための他の 手段を考慮することもできる。例えば、米国特許第4. 944,961号に記載されるような、るつぼ内でメタ ルやメタルアロイを気化させるための技術等のチタン気 化技術が具体的に考慮される。

【0034】(3. (Ti ZはTi  $N_X$ ) /Ti N/Ti  $N_X$ バリア層の構造)我々は、スムーズな窒化チタン含有バリア層を作製することを可能にしたが、それは、表面形状サイズが約0.  $25\mu$  mでアスペクト比が5: 1以上である集積回路のバイア、スルーホールやトレンチ内に、電気コンタクトを製造することが可能になることが示されたものである。本発明のスムーズなバリア層によれば、アスペクト比の高い導電コンタクトの形成が可能になることに加えて、電気コンタクト材料(アルミニウム等)とその下の半導体基板材料(シリコン等)の間の相互拡散を防止する拡散バリアが与えられる。

【0035】スムーズなバリア層の構造体は、3層のス タックを備えている。更に好ましい態様では、第1層 (シリコンや二酸化シリコン等の基板の上に直接形成す る層)は、イオン堆積によるチタン(Ti)である。こ の第1層の上に形成する第2層は、イオン堆積による窒 化チタン(TiN)である。この第2層の上に形成する 第3層は、イオン堆積によるTiNxの層であり、この 層の組成は、約50原子%チタン~約100原子%チタ ンの間で変化する。好ましくは、チタン濃度は、ほぼス トイキオメトリックなTiNから純粋なTiへの勾配上 にある。TiNxの表面がその上に次いで堆積するウォ ームアルミニウムと反応する可能性を低減するために は、この層の表面のTi濃度を制御することが必要であ る。TiNχ層の最適なTiの含有率は、その適用対象 が水平な導電インターコネクトであるか、あるいはアス ペクト比の髙いバイアであるかによるだろう。アスペク ト比の高いバイアでは、バイア内へアルミニウムを充填 するための熱力学的引力を与えるために、TiNx層の Ti含有率は高いことが必要である。しかし、Tiの含 有率が高すぎる場合は、TiAl3が生成することとな り、デバイスの性能に悪影響を与える。アスペクト比が 髙いバイアに適用する場合で、TiNχ層のチタン含有 率が原子濃度で約50%~約100%Tiの勾配上にあ る場合は、ウォームアルミニウムをバイア内に完全に充 填する方法で引き込むに十分なTi上面の厚みは約15 オングストロームである一方、純粋なTi上面の厚みが 約300オングストロームを越えればTiAl3の生成 量が有害な程度になることを、我々は見出した。

40 【0036】このスムーズなバリア層構造体の上に、電気コンタクト層ないし導電層を形成する。ここに説明するコンタクト層ないし導電層は、銅を約0.5重量%含むアルミニウムであるが、他の導電材料を用いても、ここに記載した本発明のスムーズなバリア層の利益を得るものである。この次に形成する導電材料の結晶学的な{111}含有率とその反射率については、ここに記載されるコンセプトを用いて調製することが可能である。ウォームアルミニウムについて、この開示内容における好ましい具体例では、アルミニウムの形成はスパッタリング以外の方法、例えばエバポレーション等の方法で行

うことが可能である。アルミニウムをIMPで形成する場合は、バイアの充填に対して、バイア側壁上に高い共形性を与える点で利点を与えるが、従来型のスパッタリングによるアルミニウムの方が、アルミニウム形成の方法としてコストが小さいため好ましい。従来型のスパッタリングにより、ウォームアルミニウム(約350 $^{\circ}$ ~約450 $^{\circ}$ )として形成されるアルミニウムについては、アルミニウムの形成は圧力約0.5mT~約50mTで行われることが好ましく、この圧力は好ましくは約1mT~30mT、更に好ましくは約1mT~約4mTである。アルミニウムの厚みは、用途に依存する。

【0037】図2は、本発明のスムーズなバリア層構造 体200を有するトレンチ又はバイア213を模式的に 示す。この構造体200は、シリコンベース210とそ の上に二酸化シリコン層211とを備える半導体基板上 に形成される。バイア又はトレンチ213は、二酸化シ リコン層211を貫通してシリコンベース210に至る までドライエッチングを行うことにより、形成される。 この構造体200はTi/TiN/TiNxの3層を備 える。チタンの第1層は、イオン堆積スパッタリングに より、二酸化シリコン層211及びシリコンベース21 0の両方の表面上に形成される。第2層は反応性イオン 堆積スパッタリングによる窒化チタン層214として、 第1のチタン層212の上に堆積される。第3の反応性 イオン堆積スパッタリングによる窒化チタン含有層21 6は、窒化チタン層214の上に堆積される(チタン層 212のイオンスパッタリングにおいては、通常、高温 アニールにおいてバイア213の底部に珪化チタンの薄 い層224が形成される。)。その後、構造体200に は導電層219が充填される。バイアないしトレンチ2 13のアスペクト比は、寸法222対寸法220によっ て例示され、およそ20:1であり、寸法220は約  $0.25 \mu \text{m}$   $\sigma$   $\mu$   $\mu$ 

【0038】従来のスパッタリングでは、アルミニウムは基板200上に約500℃の基板温度でスパッタされていた。場合によっては、500℃で残りのアルミニウムの堆積を行う前に、基板温度50℃でコールドアルミニウム核形成層を堆積していた。IMPを用いて得られたバリア層構造体200側壁の表面が改善されるととにより、コールドアルミニウム核形成層を用いる必要を排除することにより、必要なアルミニウム堆積チャンバが1つだけとすることができるようになった。更に、約350℃~約450℃の温度でのウォームアルミニウムの堆積が実現可能になった。本発明の特殊なバリア層構造体200を用いる場合は、 ${111}$  結晶配向のの東ルミニウムが得られるという更なる利点がある。更に、アスペクト比が非常に高いバイアにも充填することが可能となる。

【0039】(第2例)アルミニウムの結晶学的な{111}含有率を十分高くして電子移動を防止するよう

な、バイアへのアルミニウム充填を行うために、 $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層200の構造を以下のように 調節した。

【0041】アルミニウムのスパッタリングは、従来型のスパッタリングを用い、温度約400℃、圧力約2m Tでバイア213の表面の上に行われたアルミニウム充填物の結晶学的{111}含有率は、約100%であった(XRDカーブには{200}がみられなかった)。 更に、アルミニウム表面の反射率は約199%であった。

O(10042) 図3(a) $\sim$ 3(d)には、フラットな二酸化シリコン表面の上に形成された $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の表面の上に形成したウォームアルミニウムについてのXRDカーブを示す。

【0043】図3(a)は、上述の技術を用いて作製し たTi/TiN/TiNxバリア層の表面上に形成した ウォームアルミニウムのXRDカーブ310であり、T i 第1層の厚みが約100オングストローム、TiN第 2層の厚みが約800オングストローム、TiNx第3 層の厚みが約150オングストロームである。このバリ ア層の作製中に用いたプロセス条件には、各層の形成中 の基板(ウエハ)温度200℃、DC/RF電力比(こ の電力比については後ほど詳細に説明する)約3.3、 基板へのバイアス約100W、各層の形成中のプロセス チャンバ圧力約30mTが含まれていた。ウォームアル ミニウムのTi/TiN/TiNxバリア層の表面上へ のスパッタリングは、従来型のスパッタリングを用い基 板温度が約400℃、圧力が約2mTで行われた。上述 の電力比は、スパッタリングターゲットへ印加するDC 電力を、イオン形成装置(コイル)へのRF電力で除し 40 たものをいい、一例を挙げれば、スパッタリングターゲ ットへ7kW、RFコイルへ2kWの場合は、電力比が 3. 5である。

【0044】回折強度を任意の単位でy軸にとり312で示し $2\theta$ (入射角の倍)を「度」でx軸にとり314で示したXRDカーブ310により示されるように、アルミニウムの結晶配向のアルミニウム含有率は、所望の $\{111\}$  結晶配向316と、不要な $\{200\}$  結晶配向319(拡大が318で示される)の両方を有している。ピーク高さが約3000程度の弱い $\{111\}$  結晶 を配向の信号が更に、ウォーム堆積  $\hat{b}$  たこのアルミニウム

20

14

の多結晶性が高い性質を示している。不要な {200} 結晶配向のアルミニウムが存在することが、TiN層の厚さが800オングストロームであることに寄与している。

【0045】図3(b)は、上述の技術を用いて形成した  $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の表面上に形成した ウォームアルミニウムのXRDカーブ320であり、Ti 第1層の厚さは100オングストローム、 $TiN_X$ 第3層 の厚さは約250オングストローム、 $TiN_X$ 第3層 の厚さは約150オングストロームであった。このバリア層の製造中に用いたプロセス条件には、各層の形成中の基板(ウエハ)温度200℃、DC/RF電力比約3.3、基板へのバイアス約100W、各層の形成中のプロセスチャンバ圧力約30mTが含まれていた。ウォームアルミニウムが従来型のスパッタリング技術を用いて、基板温度が約400℃、圧力約2mTで $Ti/TiN_X$ バリア層の表面上にスパッタされた。

【0046】回折強度を任意の単位でy軸にとり322で示し $2\theta$ (入射角の倍)を「度」でx軸にとり324で示したXRDカープ320により示されるように、アルミニウムの結晶配向は、所望の $\{111\}$ 結晶配向のみに限られ、不要な $\{200\}$ 結晶配向(拡大が328で示される)は含まれない。ピーク高さが約14000もの強い $\{111\}$ 結晶配向の信号が更に、ウォーム堆積したこのアルミニウムの $\{111\}$ 含有率の程度が高いことを示している。

【0047】図3(b)に示されるXRDカーブを有するアルミニウムの堆積を可能にするバリア層構造体は、本発明の更に好ましい具体例の1つである。

【0048】図3(c)は、上述の技術を用いて形成した  $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の表面上に形成した ウォームアルミニウムのXRDカーブ330であり、Ti 第1層の厚さは100オングストローム、 $TiN_X$ 第3層 の厚さは約250オングストローム、 $TiN_X$ 第3層 の厚さは約150オングストロームであった。このバリア層の製造中に用いたプロセス条件には、各層の形成中の基板(ウエハ)温度400℃、DC/RF電力比約3.3、基板へのバイアス約100W、各層の形成中のプロセスチャンバ圧力約30mTが含まれていた。ウォームアルミニウムが従来型のスパッタリング技術を用いて、基板温度が約400℃、圧力約2mTで $Ti/TiN_X$ バリア層の表面上にスパッタされた。

【0049】回折強度を任意の単位でy軸にとり332で示し2 $\theta$ (入射角の倍)を「度」でx軸にとり334で示したXRDカープ330により示されるように、アルミニウムの結晶配向のアルミニウム含有率は、所望の $\{111\}$ 結晶配向336と、不要な $\{200\}$ 結晶配向339(拡大が338で示される)の両方を有している。ピーク高さが約32程度の非常に弱い $\{111\}$ 結晶配向の信号が更に、ウォーム堆積したこのアルミニウ

ムの多結晶性の程度が図3(a)に例示されるアルミニウム層よりも更に高いことを示している。このことは、アルミニウムの $\{200\}$ 結晶配向成分のピーク高さが更に大きくなっていることによっても支持されている。不要な $\{200\}$ 結晶配向のアルミニウムが存在することが、3つのバリア層それぞれに対して堆積温度が400 $\mathbb C$ であることに寄与している。

【0050】図3(d)は、上述の技術を用いて形成した  $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の表面上に形成した ウォームアルミニウムのXRDカーブ340であり、 Ti 第1層の厚さは300オングストローム、  $TiN_X$ 第3層 の厚さは約250オングストローム、  $TiN_X$ 第3層 の厚さは約150オングストロームであった。このバリア層の製造中に用いたプロセス条件には、各層の形成中の基板(ウェハ)温度200℃、DC/RF電力比約3.3、基板へのバイアス約100W、Ti 層及び $TiN_X$ 層の形成中のプロセスチャンバ圧力約30mT、 $TiN_X$ 層の形成中では10mTが含まれていた。 ウォームアルミニウムが従来型のスパッタリング技術を用いて、基板温度が約400℃、圧力約2mTで $TiN/TiN_X$ バリア層の表面上にスパッタされた。

【0051】回折強度を任意の単位でy軸にとり342で示し $2\theta$ (入射角の倍)を「度」でx軸にとり344で示したXRDカーブ340により示されるように、アルミニウムの結晶配向のアルミニウム含有率は、アルミニウムの結晶配向は、所望の $\{111\}$ 結晶配向346のみに限られ、不要な $\{200\}$ 結晶配向(拡大が338で示される)は含まれない。ピーク高さが約27000もの非常に強い $\{111\}$ 結晶配向の信号が更に、ウォーム堆積したこのアルミニウムの $\{111\}$ 含有率の程度が高いことを示している(図3(b)に例示される、TiNx層を30mTで堆積した本発明の他の好ましい具体例について得られたような非常に高い程度)。図3(d)に示されるXRDカーブを有するアルミニウムの堆積を可能にするバリア層構造体は、本発明の更に好ましい具体例の1つである。

【0052】図4は、上述のアルミニウム/Ti/Ti N/TiNx構造体の4層の3つ及び別の構造体1つの 反射率を例示する。特に、棒グラフ400は。y軸にパ 40 ーセント反射率 (Siを参照とした)をとり410で示 す。x軸上のそれぞれの棒 (バー)は、異なるアルミニ ウム/Ti/TiN/TiNx構造体を表している。 【0053】バー412は、図3 (b)で示されるXR Dカーブで例示されるアルミニウム/Ti/TiN/T iNx構造体のアルミニウム層の反射率を示す。バー4

14は、 $Ti/TiN/TiN_X$ 構造体の上に堆積した アルミニウム層の反射率を示すが、このとき、アルミニウム/ $Ti/TiN/TiN_X$ 構造体全体の形成に用いる方法は図3(b)の構造体全体の製造に用いた方法と 50 同じであるが、Tiの厚さが300オングストロームで あった。バー416は、図3(a)のXRDカーブに例示されるアルミニウム/ $Ti/TiN/TiN_X$ 構造体のアルミニウム層の反射率を示す。バー418は、図3(c)のXRDカーブに例示されるアルミニウム/ $Ti/TiN/TiN_X$ 構造体のアルミニウム層の反射率を示す。

【0054】図4は、アルミニウムの{111} 結晶配向が高いことが、アルミニウムの反射率の高さに直接相関することを示す。

【0055】第3層TiNxの組成の勾配を変えることにより、反射率を更に向上させること(そしてこれに付随してアルミニウム層の表面粗さを小さくすること)が可能となる。TiNxの堆積のステップの最後に堆積させるピュアなTiの厚みを増やすことにより、反射率が向上し表面のスムーズさが高くなったアルミニウムをえることができることを我々は見出した。特に、反射率は約210%から約220%に上がり、表面粗さ(AFMを用いて測定)は78オングストロームから47オングストロームへと小さくなった。

【0056】図5 (a) 及び図5 (b) は、 $TiN_X$ の 堆積の最後におけるTiの厚みを変えた $Ti/TiN/TiN_X$ の「水バリア層の表面上に形成したウォームアルミニウムについてのXRDカーブを示す。バリア層構造体の形成は、上述の技術を用いて行われた。特に、それぞれの場合において第1のTi 層の厚さを300オングストローム、第2のTiN 層の厚さを250オングストロームとした。全てのバリア層の堆積を、基板温度約200  $\mathbb C$ 、プロセスチャンバ圧力10M Tで行った。

【0057】図5(a)は、Ti/TiN/TiNxバリア層の表面上に形成したウォームアルミニウムについてのXRDカーブ510を示すものであり、このときTiNxの堆積時間を約15秒間としTiNx層の厚さが約180オングストロームであった。回折強度をy軸にとり512で示し、 $2\theta$ をx軸にとり514で示す。カーブ510は、強度が約28000と強い $\{111\}$ アルミニウム結晶配向ピーク516を示し、 $\{200\}$ 結晶配向の存在は検出されなかった。このアルミニウム表面の反射率は、約210%であり、AFM表面粗さは約78オングストロームである。

【0058】図5(b)は、Ti/TiN/TiNxバリア層の表面上に形成したウォームアルミニウムについてのXRDカーブ520を示すものであり、このときTiNxの堆積時間を約30秒間としTiNx層の厚さが約360オングストロームであった。回折強度をy軸にとり522で示し、 $2\theta$ をx軸にとり524で示す。カーブ520は、強度が約39000と強い $\{111\}$ アルミニウム結晶配向ピーク526を示し、 $\{200\}$ 結晶配向の存在は検出されなかった。このアルミニウム表面の反射率は、約220%であり、AFM表面粗さは約47オングストロームである。

【0059】(4 バリア層及びアルミニウムの形成の方法)ここに説明する好ましい具体例の製造を行うための装置は、前出のエンデュラ統合型処理システムであり、図1に示される部品は、この統合型処理システムの中に含まれる低圧プロセスチャンバの1つの中にある。【0060】(第3例)以下の説明は、アスペクト比が約5:1で表面形状サイズが $0.25\mu$ mのバイアの表面上にTi/TiN/TiNχバリア層を形成することに関する。

16

【0061】図2に示されるように、バイアの形成は、 二酸化シリコン層211を貫通してシリコンベースに至 るまでドライエッチングを行うことによって形成され た。構造体200はTi/TiN/TiNxの3層を備 えていた。チタンの第1層は、イオン堆積スパッタリン グ(IMPスパッタリング)により、二酸化シリコン層 211及びシリコンベース210の両方の表面上に形成 された。第2層は反応性イオン堆積スパッタリング(反 応性IMP)による窒化チタン層214として、第1の チタン層212の上に堆積された。第3の反応性イオン 20 堆積スパッタリングによる窒化チタン含有層216は、 窒化チタン層214の上に堆積された(チタン層212 のイオンスパッタリングにおいては、通常、高温アニー ルにおいてバイア213の底部に珪化チタンの薄い層2 24が形成される。)。その後、構造体200には導電 層219が充填された。

【0062】直径8インチ(20.3cm)の基板の表面上へTiをイオン堆積スパッタリングする際毎分約700オングストロームの速度を得るため、チタンターゲットカソード112にDC電力4kWを印加しつつ、2MHz(2.5kWにほぼ等しい)のRF電力をコイル114に印加し、また基板支持プラーテン120に約100ワットのDCバイアスを印加した。Tiの堆積工程は約30mTで行われた。この圧力は、アルゴン供給流量約65sccmに相当するものである。基板表面の温度は約200℃であった。

【0063】Ti第1層の表面上へTiNを反応性イオン堆積スパッタリングする際毎分約250オングストロームの速度を得るため、チタンターゲットカソード112にDC電力5kWを印加しつつ、2MHz(2.5k40Wにほぼ等しい)のRF電力をコイル114に印加し、また基板支持プラーテン120に約100ワットのDCバイアスを印加した。Tiの堆積工程は約30mTで行われた。この圧力は、アプライドマテリアルズ社のエンデュラ統合型処理システムにおいてアルゴン供給流量約10sccm及び窒素供給流量約70sccmに相当するものである。基板表面の温度は約200℃であった。【0064】TiN第2層の表面上へTiNxを反応性イオン堆積スパッタリングする際毎分約600オングストロームの速度を得るため、プロセス条件をTiN第250層で決めた条件で設定したが、TiNx層のスパッタリ

10

ングの最初では、窒素ガスのプロセスチャンバへの流入を止めた。TiNの堆積工程中にチタンターゲットが窒化するため、窒素ガスの流量を止めた後のある限られた時間中にTiNが生成し続ける。典型的には、チャンバへの窒素ガスの流入を止めた以外はTiN堆積について言及された操作条件の下では、ターゲットの窒化した部分は、 $5\sim10$  秒以内にスパッタされてなくなる。TiN第2層が厚くなれば、ターゲットの窒化部分がスパッタされてなくなるまでの時間が長くなる。この特別な例においては、プロセスチャンバへの窒素ガスの流入を止めた後、TiNx層の堆積は約15 秒間行われた。

【0065】次いで、従来型のスパッタリングの技術を用い、基板温度が約400℃、圧力が約2mTで、バイア表面上にアルミニウム層を6000オングストロームスパッタした。上述のように作製したTi/TiN/TiNχのバリア/ウェット層を用いて、コンタクトバイアに対して完全に充填する(顕微鏡写真ではボイドはほぼゼロであった)ことが実現された。

【0066】(5. バリア層構造体におけるそれぞれの層の組成)図6(a)~(c)は、3つのバリア層の原子組成を示すものであり、分析は上層から行われ、先ず $TiN_X$ 第3層、次に $TiN_{\overline{x}}$ 2層、そしてシリコン酸化物基板上のTi1月層で行われた。

【0067】図6(a)のグラフ610は、XPS分析プロセス中にバリア層がスパッタされて飛ばされる際の、当該バリア層の組成を例示している。アルゴンイオンを用いスパッタされる材料の原子組成をy軸にとり612で示し、単位は原子パーセントである。分析プロセスの時間をx軸にとり614で示し、単位は秒である。カーブ616は被分析対象の層のTi含有率を示し、カーブ618は被分析対象の層のN含有率を示している。カーブ620は、分析プロセスのスパッタリング中に基板にクレーターが発生した結果生じた酸素を示している。カーブ622も、分析技術の結果生じた珪素を示している。

【0068】グラフ610は、Tio厚さが100オングストローム、TiNxの厚さが約250オングストローム、TiNxの厚さが約100オングストロームのバリア層を表しており、これは、堆積プロセスチャンバへの窒素ガス流入を停止した後TiNx層の堆積を8秒間行ったものである。

【0069】図6(b)のグラフ630は、図6(a)について説明した分析技術を用いて得られた第2のバリア層の組成を示す。被分析層の原子組成をy軸にとり632で示し、単位は原子パーセントである。分析プロセスの時間をx軸にとり634で示し、単位は秒である。カーブ636は被分析層のTi含有率を示し、カーブ638は被分析対象の層のN含有率を示している。カーブ640は分析の結果生じた酸素を、カーブ642は分析の結果生じた珪素を示している。

【0070】グラフ630は、Tio厚さが200オングストローム、TiNo厚さが約500オングストローム、 $TiN_X$ の厚さが約100オングストロームのバリア層を表しており、これは、堆積プロセスチャンバへの窒素ガス流入を停止した後 $TiN_X$ 層の堆積を8秒間行ったものである。

【0071】図6(c)のグラフ650は、図6(a)について説明した分析技術を用いて得られた第3のバリア層の組成を示す。被分析層の原子組成をy軸にとり652で示し、単位は原子パーセントである。分析プロセスの時間をx軸にとり654で示し、単位は秒である。カーブ656は被分析層のTi含有率を示し、カーブ658は被分析対象の層のN含有率を示している。カーブ660は分析の結果生じた酸素を、カーブ662は分析の結果生じた珪素を示している。

【0072】グラフ650は、Tio厚さが200オングストローム、 $TiN_X$ の厚さが約250オングストローム、 $TiN_X$ の厚さが約250オングストロームのバリア層を表しており、これは、堆積プロセスチャンバへの窒素ガス流入を停止した後 $TiN_X$ 層の堆積を20秒間行ったものである。

【0073】これらの構造体は、1つのTiスパッタリングターゲットを用いて単一のプロセスチャンバにより得ることが可能であり、連続プロセスで作製可能である。これらバリア層の作製が容易であることは、これらバリア層の機能が優れていることと合わせて、半導体がイスの作製においてこれらバリア層を非常に魅力的なのにする。特に、このバリア層の構造及びここに開いた製造法を用いれば、電子移動の問題を低減する {11}アルミニウム結晶配向が高いアルミニウム含有層の形成を可能にする。更に、このバリア層の構造及びここに開示した製造法を用いれば、リソグラフィーのインデクシングにおいて有用な反射率の高いアルミニウム含有層を形成することが可能となる。

【0074】上記した好ましい具体例は、本発明の範囲を限定する意図はなく、いわゆる当業者は本発明の開示内容に鑑みて、これら具体例を本発明の特許請求の範囲の特定事項に対応して拡大できるものである。

## 【図面の簡単な説明】

50

40 【図1】イオンメンタルプラズマ(I·MP)により強化 された物理気相堆積工程を行うことが可能なプロセスチャンバの部品の模式的線図である。

【図2】本発明で開示の方法及び装置を用いて、アスペクト比の高い倍213の中に形成された導電コンタクト218の模式的な製図である。

も低く、また、反射率も約50%未満である(Siを参 照にしてナノスコープで測定)ことが示されている。図 3 (b) は、ここに記載した第1の好ましい具体例を用 いて形成されたTi/TiN/TiNyバリア層の上に 堆積されたアルミニウム膜のXRDカーブを示すグラフ であり、このアルミニウム膜は高い {111} 含有率と 195%もの反射率を有していることが示される。図3 (c)は、バリア層の堆積中の基板温度をかなり高くし たこと以外は図3(b)に例示されるバリア層の生成に 用いたと同じ好ましい具体例の方法を用いてTi/Ti N/TiNxバリア層の上に堆積されたアルミニウム膜 のXRDカーブを示すグラフであり、このアルミニウム 膜の{111}結晶配向含有率が望まれるよりも低く、 また、反射率も約50%未満であることが示されてい る。図3(d)は、ここに記載した第2の好ましい具体 例を用いて形成されたTi/TiN/TiNxバリア層 の上に堆積されたアルミニウム膜のXRDカーブを示す グラフであり、このアルミニウム膜は高い {111} 含 有率と210%もの反射率を有していることが示され る。

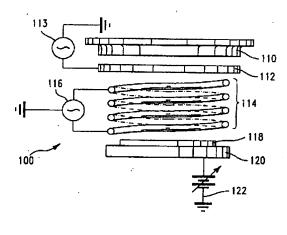
【図4】ここに記載した第1具体例及び第2具体例の構造を有しその方法で形成された $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の上に堆積されたアルミニウム膜の相対的な反射率を、従来技術の構造を有し従来技術の方法で作製された $Ti/TiN/TiN_X$ バリア層の上に堆積されたアルミニウム膜の反射率と比較する棒グラフである。

【図5】図5 (a) は、ここに記載した第3の好ましい 具体例を用いて形成されたTi/TiN/TiNxバリ ア層の上に堆積されたアルミニウム膜のXRDカーブを 示すグラフであり、このアルミニウム膜は、AFM表面 形状粗さ(rms)約78オングストロームを示してい る。図5(b)は、ここに記載した第4の好ましい具体 例を用いて形成されたTi/TiN/TiNxバリア層 の上に堆積されたアルミニウム膜のXRDカーブを示す グラフであり、このアルミニウム膜は、AFM表面形状 10 粗さ (rms) 約47オングストロームを示している。 【図6】図6 (a) は、断面厚さが、Tiが100オン グストローム、TiNが250オングストローム、Ti Nxが100オングストロームのTi/TiN/TiNx バリア層の原子組成プロファイルを示すグラフである。 図6(b)は、断面厚さが、Tiが200オングストロ ーム、TiNが500オングストローム、TiNxが1 00オングストロームのTi/TiN/TiNxバリア 層の原子組成プロファイルを示すグラフである。図6 (c) は、断面厚さが、Tiが200オングストロー 20 ム、TiNが250オングストローム、TiNxが25 OオングストロームのTi/TiN/TiNxバリア層 の原子組成プロファイルを示すグラフである。

#### 【符号の説明】

200…バリア層構造体、210…シリコンベース、2 11…二酸化珪素層、213…トレンチ又はバイア。

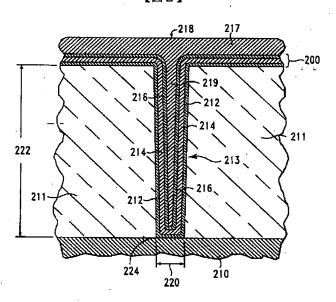
【図1】



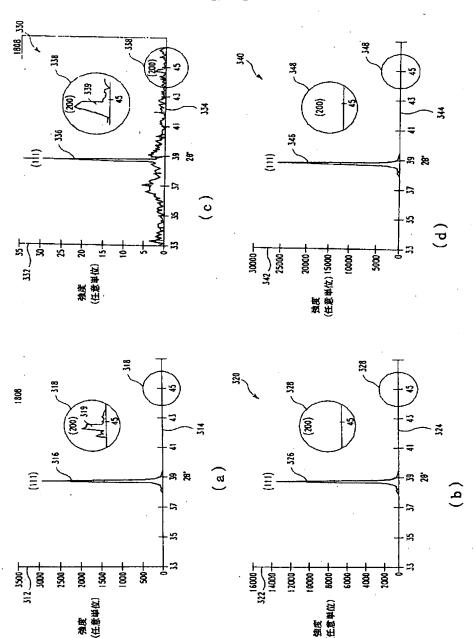
410 200 412 414 400

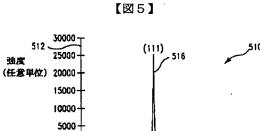
【図4】

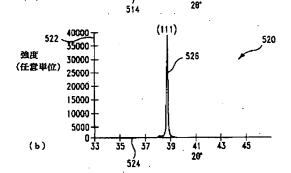
[図2]



[図3]

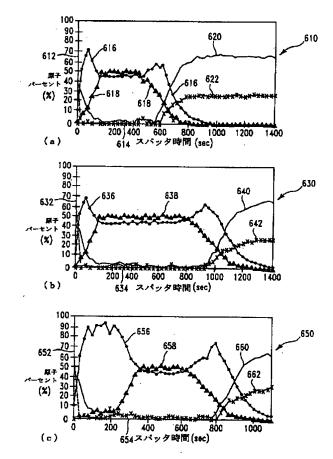






35 \ 37

## 【図6】



## フロントページの続き

強度

(a)

(72)発明者 セシャドリ ラマスワミ アメリカ合衆国、 カリフォルニア州, サン ノゼ, ジャーヴィス コート 1503

# 【外国語明細書】

1. Title of Invention

A Ti/TiN/TiN. Underlayer Which Enables
A Highly {111} Oriented Aluminum Interconnect

(2/31)

2. Claims

We claim:

- 1. A barrier layer having a particular structure comprising:
- a) a first layer of Ti or  $TiN_x$  having a thickness ranging from greater than about 100 Å to about 500 Å;
- b) a second layer of TiN having a thickness ranging from greater than about 100 Å to less than about 800 Å; and
- c) a third layer of  $TiN_x$  having a thickness ranging from about 15 Å to about 500 Å.
- 2. The barrier layer of Claim 1, where the Ti content of said first layer of TiN<sub>x</sub> is at least 40 atomic percent.
- 3. The barrier layer of Claim 1, wherein the thickness of said second layer of TiN is less than about 500 Å.
- 4. The barrier layer of Claim 3, wherein the thickness of said third layer of  $TiN_{\kappa}$  is less than about 400 Å.
- 5. The barrier layer of Claim 1 wherein the Ti content of said third layer of TiN<sub>x</sub> ranges from about 50 atomic percent to about 100 atomic percent and follows a gradient where the first portion of said third layer is at said 50 atomic percent and the last portion of said third layer approaches said 100 atomic percent Ti.
- 6. The barrier layer of Claim 5, wherein the thickness of said 100 atomic percent Ti component ranges from about 15 Å to about 300 Å.

(3/31)

- 7. A structure comprising the barrier layer of Claim 1 and having an aluminum-comprising conductive layer applied over a surface of said third layer of TiN<sub>x</sub>.
- 8. A structure comprising the barrier layer of Claim 5 and having an aluminum-comprising conductive layer applied over a surface of said third layer of TiN<sub>x</sub>.
- 9. The structure of Claim 7, wherein said aluminum-comprising layer contains at least 90 atomic percent aluminum.
- 10. The structure of Claim 8, wherein said aluminum-comprising layer contains at least 90 atomic percent aluminum.
- 11. The structure of Claim 9, wherein said aluminum-comprising layer exhibits essentially no {200} crystallographic content.
- 12. The structure of Claim 10, wherein said aluminum-comprising layer exhibits essentially no {200} crystallographic content.
- 13. The structure of Claim 11 wherein said aluminum-comprising layer exhibits a reflectivity in excess of 150 percent.
- 14. The structure of Claim 12, wherein said aluminum-comprising layer exhibits a reflectivity in excess of 190 percent.
- 15. a method of producing an aluminum-comprising layer/Ti/TiN/TiN, structure, wherein a crystal orientation of said aluminum-comprising layer is essentially {111},

(4/31)

said method comprising:

- a) using IMP techniques to apply a first layer of Ti or TiN<sub>x</sub> having a thickness ranging from about 100Å to about 500 Å;
- b) using reactive IMP techniques to apply a second layer of TiN having a thickness ranging from about 100 Å to less than about 800Å; and
- c) using reactive IMP techniques to apply a third layer of  $TiN_x$  having a thickness ranging from about 15 Å to about 500 Å.
- 16. The method of Claim 15, wherein the nitrogen content during said reactive IMP deposition of said third layer of TiN<sub>x</sub> is controlled to produce a 100 atomic percent Ti component at the surface of said TiN<sub>x</sub> layer surface.
- 17. The method of Claim 16, where the thickness of said 100 atomic percent Ti component ranges from about 15Å to less than about 300 Å.
- 18. The method of Claim 15, wherein said barrier layers are deposited at a substrate temperature of less than about 400°C.
- 19. The method of Claim 18, wherein said barrier layers are deposited at a substrate temperature of about 200 °C or lower.
- 20. The method of Claim 18, wherein said third layer of TiN<sub>x</sub> is applied at process chamber pressures ranging from about 0.5 mT to about 30 mT.
- 21. The method of Claim 20, wherein said pressure is about 10 mT or less.

 $(5/31)^{-1}$ 

# . 3. Detailed Description of Invention

## BACKGROUND OF THE INVENTION

## 1. Field of the Invention

The present invention pertains to a particular (Ti or TiN<sub>x</sub>)/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier/wetting layer structure which enables the warm aluminum filling of high aspect ratio vias while providing an aluminum fill exhibiting a high degree of {111} crystal orientation aluminum.

## 2. Brief Description of the Background Art

Titanium nitride layers have been used in semiconductor device structures as barrier layers for preventing the interdiffusion of adjacent layers of materials such as aluminum and silicon, for example. However, the crystal orientation of aluminum deposited over the surface of the titanium nitride barrier layer is typically polycrystalline, and polycrystalline aluminum has poor electromigration resistance.

In the formation of integrated circuit interconnect structures, such as a Ti/TiN/TiN, stack, electromigration of aluminum atoms within the aluminum layer becomes a problem if the aluminum layer is not formed with a high degree of {111} crystal orientation. Electromigration of the aluminum atoms can result in open circuits within the integrated circuit structure, and therefore, such electromigration must be inhibited or eliminated. Electromigration of aluminum atoms can occur within filled vias as well, impairing the conductivity of the contacts.

U.S. Patent No. 4,944,961 to Lu et al., issued July 31, 1990, describes a process for partially ionized beam deposition of metals or metal alloys on substrates, such as semiconductor wafers. Metal vaporized from a crucible is partially ionized at

(6/31)

the crucible exit, and the ionized vapor is drawn to the substrate by an imposed bias. Control of substrate temperature is said to allow non-conformal coverage of stepped surfaces such as trenches or vias. When higher temperatures are used, stepped surfaces are planarized. The examples given are for aluminum deposition, where the non-conformal deposition is carried out with substrate temperatures ranging between about 150 °C and about 200 °C, and the planarized deposition is carried out with substrate temperatures ranging between about 250 °C and about 350 °C.

S.M. Rossnagel and J. Hopwood describe a technique of combining conventional magnetron sputtering with a high density, inductively coupled RF plasma in the region between the sputtering cathode and the substrate in their 1993 article titled "Metal ion deposition from ionized magnetron sputtering discharge", published in the J. Vac. Sci. Technol. B. Vol. 12, No. 1, Jan/Feb 1994. One of the examples given is for titanium nitride film deposition using reactive sputtering, where a titanium cathode is used in combination with a plasma formed from a combination of argon and nitrogen gases.

U.S. Patent No. 5,262,361 to Cho et al., issued November 16, 1993 describes a method for forming single crystal aluminum films on the surface of a substrate such as silicon (111). The object is to increase the amount of the aluminum (111) crystal orientation, to improve the electromigration resistance of the aluminum. Electrically neutral aluminum is deposited by a vacuum evaporation technique upon a silicon wafer surface at a temperature ranging between about 300 °C and about 400 °C.

U.S. Patent No. 5,543,357 to Yamada et al., issued August 6, 1996, describes a process for manufacturing a semiconductor device wherein a titanium film is used as an under film for an aluminum alloy film to prevent the device characteristics of the aluminum alloy film from deteriorating. The thickness of the titanium film is set to 10 % or less of the thickness of the aluminum alloy film and at most 25 nm. In the case of the aluminum alloy film containing no silicon, the titanium film is set to 5%

(7/31)

of less of the thickness of the aluminum alloy film. The aluminum film is formed at a substrate temperature of 200 °C or less by a sputtering process, and when the aluminum film or an aluminum alloy film is to fill a via hole, the substrate is heated to fluidize the aluminum. The pressure during the aluminum film formation and during the fluidization is lower than 10<sup>-7</sup> Torr. A titanium nitride barrier layer may be applied on an interlayered insulating film (or over a titanium layer which has been applied to the insulating film), followed by formation of a titanium film over the titanium nitride film, and finally by formation of the aluminum film over the titanium film. After formation of the titanium nitride barrier layer, the barrier layer is heated to a temperature of about 600 °C to 700 °C in a nitrogen atmosphere using a halogen lamp so that any titanium which is not nitrided will become nitrated. The titanium nitride barrier layer is said to be a poor barrier layer if un-nitrided titanium is present within the layer.

U.S. Patent No. 5,571,752 to Chen et al., issued November 5, 1996, discloses a method for patterning a submicron semiconductor layer of an integrated circuit. In one embodiment, titanium or titanium nitride having a thickness of between approximately 300 and 2000 Å is formed by sputter deposition to reach the bottom of a contact opening. The barrier layer may be annealed to form a silicide in the bottom of the opening. A conformal conductive layer of a refractory metal or refractory metal silicide is formed over the titanium or titanium nitride using chemical vapor deposition (CVD). Finally, a second conductive layer, typically aluminum is applied over the surface of the conformal conductive layer. The aluminum is sputtered on, preferably at a temperature ranging between approximately 100 °C and 400 °C. This method is said to make possible the filling of contact openings having smaller device geometry design requirements by avoiding the formation of fairly large grain sizes in the aluminum film.

U.S. Patent Application, Serial No. 08/511,825 of Xu et al., filed August 7,

(8/31)

1995, assigned to the Assignee of the present invention, and hereby incorporated by reference in its entirety, describes a method of forming a titanium nitride-comprising barrier layer which acts as a carrier layer. The carrier layer enables the filling of apertures such as vias, holes or trenches of high aspect ratio and the planarization of a conductive film deposited over the carrier layer at reduced temperatures compared to prior art methods.

U.S. Patent Application, Serial No. 08/753,251 of Ngan et al., filed November 21, 1996, describes a method for producing a titanium nitride-comprising barrier layer on the surface of a contact via. For certain contact geometries, when the reactor pressure is reduced during formation of the titanium nitride-comprising barrier layer, the thickness of the barrier layer on the sidewalls of the via increases. This enables an aluminum fill to travel along the sidewalls of the via more easily, resulting in a better fill of the via. In particular, the titanium nitride comprising barrier layer needs to be of a minimum thickness and to have a minimum titanium content so that the barrier layer can react slightly with the Aluminum, to draw the aluminum along the sidewalls of the via.

U.S. Patent Application, Serial No. \_\_\_\_\_\_ (Attorney Docket No. 1819) of Ngan et al., filed March \_\_\_, 1997, discloses various process techniques which can be used to control the crystal orientation of a titanium nitride barrier layer as it is deposited. Further, by increasing the {200} crystal orientation of the titanium nitride barrier layer, the resistivity of this layer is decreased.

A "traditionally sputtered" titanium nitride-comprising film or layer is deposited on a substrate by contacting a titanium target with a plasma created from an inert gas such as argon in combination with nitrogen gas. A portion of the titanium sputtered from the target reacts with nitrogen gas which has been activated by the plasma to produce titanium nitride, and the gas phase mixture contacts the substrate to form a layer on the substrate. Although such a traditionally sputtered titanium nitride-

(9/31)

comprising layer can act as a wetting layer for hot aluminum fill of contact vias, good fill of the via generally is not achieved at substrate surface temperature of less than about 500 °C.

To provide for aluminum fill at a lower temperature, Xu et al. (as described in U.S. Patent Application, Serial No. 08/511,825), developed a technique for creating a titanium nitride-comprising barrier layer which can act as a smooth carrier layer, enabling aluminum to flow over the barrier layer surface at lower temperatures (at temperatures as low as about 350 °C, for example). A typical barrier layer described by Xu et al., is a combination of three layers including a first layer of titanium (Ti) deposited over the surface of the via; a second layer of titanium nitride (TiN) is deposited over the surface of the first titanium layer; finally a layer of TiN, is deposited over the TiN second layer. The three layers are deposited using Ion Metal Plasma (IMP) techniques which are described subsequently herein. Typically the first layer of titanium is approximately 100 Å to 200 Å thick; the second layer of TiN is about 800 Å thick, and the third layer of TiN, is about 60 Å thick. Although a good fill of contact vias having 0.25  $\mu$  diameter through holes having an aspect ratio of about 5 was achieved, the crystal orientation of the aluminum was low in {111} content, resulting in poor electromigration (EM) performance for the aluminum interconnect. Further, the reflectivity of the aluminum, measured by nanoscope, with Si as a reference, was less than about 50 %, so that subsequent lithography indexing was more difficult. It is then desirable to increase the aluminum {111} content for purposes of improving the EM performance and benefiting subsequent lithography process steps.

#### SUMMARY OF THE INVENTION

It has been discovered that an improved (Ti or TiN<sub>x</sub>)/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer deposited using IMP techniques can be obtained by increasing the thickness of the

(10/31)

first layer of Ti or TiN, to range from greater than about 100 Å to about 500 Å (the feature geometry controls the upper thickness limit); by decreasing the thickness of the TiN second layer to range from greater than about 100 Å to less than about 800 Å (preferably less than about 600 Å); and, by controlling the application of the TiN, third layer to provide a Ti content ranging from about 50 atomic percent titanium (stoichiometric) to about 100 atomic percent titanium. When the first layer is TiN, the atomic percent of Ti is at least 40 atomic percent. Preferably, the first layer is 100 atomic percent Ti. In addition, it is preferred that the TiN, third layer is formed at the end of the deposition of the TiN second layer and exhibits a Ti content gradient which begins at a stoichiometric Ti content and ends at a Ti content of about 100 atomic percent. The thickness of the TiN, third layer preferably ranges from about 15 A to about 500 A, with the thickness of the 100 atomic percent Ti component ranging from about 15 Å to about 300 Å. The improved (Ti or TiN,)/TiN/TiN, barrier layer enables the deposit of an aluminum interconnect or an aluminum via fill where the aluminum exhibits a high {111} crystal orientation. Further, the aluminum layer obtained exhibits a reflectivity of 150 percent or greater at 436 nm. A (Ti or TiN,)/TiN/TiN, barrier layer having this structure, used to line a feature, enables complete filling of feature with sputtered aluminum, where the size of the feature is about 0.25 micron and the aspect ratio is as high as about 6: 1.

The TiN<sub>x</sub> third layer is deposited at a substrate temperature of ranging from about 50 °C to about 500 °C, preferably at about 200 °C. When the device structure is an interconnect, the TiN<sub>x</sub> third layer can be deposited at pressures ranging from about 5 mT to about 40 mT, preferably at about 25 mT. When the device feature is a via, the TiN<sub>x</sub> third layer should be deposited at reduced pressures ranging from about 5 mT to about 10 mT, preferably at about 10 mT. The aluminum fill is then deposited at a substrate temperature ranging from about 350 °C to about 500 °C, preferably at about 400 °C. The aluminum is deposited at reduced pressures ranging from about 1 mT to about 4 mT, preferably at about 2 mT.

(11/31)

## DETAILED DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS

The present disclosure pertains to a Ti/TiN/TiN, barrier layer structure and a method of creating that structure. The Ti/TiN/TiN, barrier layer structure enables the deposition of an overlying aluminum layer having a high {111} crystallographic content and a reflectivity of about 150 % or greater. Further, using the barrier layer structure enables the "warm aluminum" filling of vias having an aperture of 0.25 micron or less and having an aspect ratio of about 5: 1 and greater.

## I. DEFINITIONS

As a preface to the detailed description, it should be noted that, as used in this specification and the appended claims, the singular forms "a", "an", and "the" include plural referents, unless the context clearly dictates otherwise. Thus, for example, the term "a semiconductor" includes a variety of different materials which are known to have the behavioral characteristics of a semiconductor, reference to a "plasma" includes a gas or gas reactants activated by an RF glow discharge, reference to "the contact material" includes aluminum, aluminum alloys, and other conductive materials which have a melting point enabling them to be sputtered over the temperature range described herein.

Specific terminology of particular importance to the description of the present invention is defined below.

The term "AFM" (Atomic Force Microscope) refers to a technique commonly used to measure film surface roughness, wherein a microprobe in contact with the film surface is drawn across the film and the mechanical movement of the microprobe is translated into a digital signal which is plotted out. A series of plots is compiled and

(12/31)

a surface roughness is calculated from the compilation.

The term "aluminum" includes alloys of aluminum of the kind typically used in the semiconductor industry. Such alloys include aluminum-copper alloys, and aluminum-copper-siticon alloys, for example. The preferred embodiments described herein were for aluminum comprising about 0.5 % copper.

The term "aspect ratio" refers to the ratio of the height dimension to the width dimension of particular openings into which an electrical contact is to be placed. For example, a via opening which typically extends in a tubular form through multiple layers has a height and a diameter, and the aspect ratio would be the height of the tubular divided by the diameter. The aspect ratio of a trench would be the height of the trench divided by the minimal travel width of the trench at its base.

The term "feature" refers to contacts, vias, trenches, and other structures which make up the topography of the substrate surface.

The term "ion-deposition sputtered" and the term "ion metal plasma (IMP) refer to sputter deposition, preferably magnetron sputter deposition (where a magnet array is placed behind the target). A high density, inductively coupled RF plasma is positioned between the sputtering cathode and the substrate support electrode, whereby at least a portion of the sputtered emission is in the form of ions at the time it reaches the substrate surface.

The term "reactive ion deposition" or "reactive ion metal plasma (IMP)" refers to ion-deposition sputtering wherein a reactive gas is supplied during the sputtering to react with the ionized material being sputtered, producing an ion-deposition sputtered compound containing the reactive gas element.

The term "reflectivity" refers to reflectivity measured by nanoscope, with Si as a reference.

The term "SEM" refers to a scanning electron microscope.

The term "traditional sputtering" refers to a method of forming a film layer on

(13/31)

a substrate wherein a target is sputtered and the material sputtered from the target passes between the target and the substrate to form a film layer on the substrate, and no means is provided to ionize a substantial portion of the target material sputtered from the target before it reaches the substrate. One apparatus configured to provide traditional sputtering is disclosed in U.S. Patent No. 5,320,728, the disclosure of which is incorporated herein by reference. In such a traditional sputtering configuration, the percentage of target material which is ionized is less than 10 %, more typically less than 1%, of that sputtered from the target.

The term "warm aluminum" refers to aluminum applied using traditional sputtering techniques, where the substrate temperature during application of the aluminum ranges between about 350 °C to about 450 °C.

The term "XPS" refers to X-ray Photoelectron Spectroscopy (also known as ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis), an analytical technique wherein a beam of X-ray is illuminated onto a sample. Photoelectrons, characteristic of the sample elemental composition and corresponding binding energy of each element, are emitted which are detected by an electron energy analyzer. Sensitivity factors are used to transform the measured kinetic energy of photoelectrons into atomic percent composition of different elements in the sample. In addition to detecting atomic percent composition at a sample surface, information for the composition of a sample throughout its thickness can be obtained by depth profiling. In that case, the sample material is sputtered away incrementally using inert ions such as argon ions. At each increment, XPS analysis is performed.

The term "XRD" (X-ray Diffraction) refers to a technique commonly used to measure crystalline orientation, wherein radiation over particular wavelengths is passed through the material to be characterized, and the diffraction of the radiation, caused by the material through which it passes, is measured. A map is created which shows the diffraction pattern, and the crystal orientation is calculated based on this map.

(14/31)

## II. AN APPARATUS FOR PRACTICING THE INVENTION

A process system in which the method of the present invention may be carried out is the Applied Materials, Inc. (Santa Clara, California) Endura® Integrated Processing System. This process system is not specifically shown in the Figures, however, the processing elements shown in Figure 1 can be operated within one of the low pressure process chambers contained within such an Integrated Processing System. The system is shown and described in United States Patents Nos. 5,186,718 and 5,236,868, the disclosures of which are incorporated by reference. With reference to Figure 1, one low pressure process chamber for forming the smooth-surfaced, low resistivity, titanium nitride barrier layer of the present invention employs a standard sputter magnet 110 (to confine the sputtering plasma, enabling an increased sputtering rate) and a sputtering target cathode 112 which operates at power levels up to about 24 kW.

## EXAMPLE ONE

To form the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer structure of the present invention, a titanium target cathode of about 14 inches (35.5 cm) in diameter was used, and a DC power was applied to this cathode over a range from about 4 kW to about 8 kW. The substrate 118, comprising an 8 inch (20.3 cm) diameter silicon wafer, was placed a distance of about 5.5 inches (14 cm) from target cathode 112. A high density, inductively coupled RF plasma was generated in the region between the target cathode 112 and the substrate 118 by applying RF power 116 over a range from about 100 kHz to about 60 MHz (preferably about 2 MHz), at a wattage ranging from about 0.5 kW to about 6 kW ( preferably ranging from about 1.5 kW to about 4 kW), to a coil 114 having at least one turn up to about 10 turns (preferably from about 1 to 3 turns). Typically the coil is fabricated from metal tubing which permits water cooling, and

(15/31)

has a diameter of about 0.125 inch (0.32 cm). However, the coil can be fabricated from a sheet or ribbon, or other form which provides the desired function. Coil 114 surrounded a plasma region between the target 112 and substrate 118. Typically, a substrate bias voltage ranging from 0 to about -300 V DC, preferably about 100 W, is applied to the substrate 118 or the support member 120 to create a D.C. self bias which attracts ions from the plasma to the substrate.

Although the preferred apparatus for forming the titanium nitride barrier layer uses a coil to inductively couple the plasma and ionize the sputtered material, other means for ionizing the titanium are contemplated. For example, an ECR source, such as that shown and described in U.S. Patent No. 4,911,814, incorporated herein by reference, or a helicon type coupling device such as that shown in U.S. Patent No. 4,990,229, incorporated herein by reference, are also specifically contemplated. Likewise other apparatus which would supply an ionized stream of deposition particles having an ionized percentage of 10 to 100 % are contemplated as being useful to practice the invention. Although the preferred apparatus for forming the titanium atoms which are ionized and reacted with ionized nitrogen to form titanium nitride are preferably formed using sputtering techniques, other means for producing titanium atoms are contemplated. For example titanium evaporation techniques, such as the technique described in U.S. Patent No. 4,944,961 for vaporizing metal or metal alloy in a crucible, incorporated herein by reference, are also specifically contemplated.

# III. THE STRUCTURE OF THE (Ti or Tin,)/Tin/Tin, BARRIER LAYER

We have been able to create a smooth titanium nitride-comprising barrier layer which has been shown to enable electrical contact fabrication in vias, through holes, and trenches of integrated circuits having a feature size as small as about 0.25 micron, having an aspect ratio of about 5: 1 and greater. The smooth barrier layer of the

(16/31)

invention, in addition to permitting the formation of a conductive contact at high aspect ratio, provides a diffusion barrier which prevents the inter-diffusion between the electrical contact material such as aluminum and an underlying semiconductor substrate material such as silicon.

The smooth barrier layer structure comprises a stack of three layers. In the more preferred embodiment, the first layer (applied directly over an underlying substrate such as silicon or silicon oxide) is ion-deposited titanium (Ti). The second layer, applied over the first layer, is ion-deposited titanium nitride (TiN). The third layer, applied over the second layer, is an ion-deposited layer, TiN,, where the composition of the layer varies from about 50 atomic % titanium to about 100 atomic % titanium. Preferably the titanium concentration is a gradient beginning with essentially stoichiometric TiN and progressing toward pure Ti. To reduce the potential for reaction of the TiN, surface with warm aluminum which is subsequently deposited upon it, it is necessary to control the Ti content at the surface of the layer. The optimal Ti content of the TiN, layer will depend on whether the application is for a horizontal, conductive interconnect or for filling a high aspect ratio via. A high aspect ratio via requires a higher Ti content in the TiN, layer to provide for the thermodynamic attraction of aluminum fill into the via. However, too high a Ti content results in the production of Ti Al, which negatively impacts device We have discovered that for high aspect ratio via applications, where performance. the TiN, layer titanium content is a gradient from an atomic concentration of about 50% toward an atomic concentration of 100% Ti, a Ti upper surface thickness of less than about 15 Å is insufficient to draw the warm aluminum into the via in a manner which provides complete fill of the via, while a pure Ti upper surface thickness of more than about 300 Å results in the formation of harmful amounts of TiAl 3.

An electrical contact or conductive layer is applied over the smooth barrier layer structure. Although the contact or conductive layer described herein is

(17/31)

aluminum containing about 0.5% by weight copper, other conductive materials benefit from use of the smooth barrier layer structure described herein. The {111} crystallographic content of a subsequently applied conductive material and its reflectivity can be adjusted using the concepts described herein. With regard to warm aluminum, the preferred embodiment of this disclosure, the aluminum can be applied using methods other than sputtering, such as evaporation, for example. An IMP application of aluminum provides some advantages in via filling, as it provides a particular conformality on a via sidewall; however, traditionally sputtered aluminum is preferred since this is the least expensive method of application for the aluminum. With regard to traditionally sputtered aluminum, applied as warm aluminum (over a temperature range of from about 350 °C to about 450 °C), preferably the aluminum is applied at reduced pressures ranging from greater than about 0.5 mT up to about 50 mT, preferably between about 1 mT and 30 mT, and more preferably between about 1 mT and 4 mT. The aluminum thickness depends on the application.

Figure 2 shows a schematic of a trench or via 213 containing the smooth barrier layer structure 200 of the present invention. The structure 200 was formed on a semiconductor substrate comprising a silicon base 210 having an overlying silicon dioxide layer 211. The via or trench 213 was created by dry etching through the silicon dioxide layer 211 to silicon base 210. Structure 200 comprised three layers: Ti/TiN/TiN<sub>x</sub>. The first layer of titanium was ion-deposition sputtered upon the surface of both silicon dioxide layer 211 and silicon base 210; a second layer of reactive ion-deposition sputtered titanium nitride layer 214 was deposited overlying first titanium layer 212; and a third ion-deposition sputtered titanium nitride-comprising layer 216 was deposited overlying titanium nitride layer 214. (Upon ion-sputtering of titanium layer 212, a thin layer of titanium silicide 224 is typically formed at the bottom of via 213 upon high temperature annealing). Structure 200 was then filled with a conductive layer 219. The aspect ratio of via or trench 213 was as

(18/31)

illustrated by the ratio of dimension 222 to dimension 220, and was approximately 20:1, with the dimension of 220 being approximately  $0.25~\mu$ .

Aluminum was traditionally sputtered upon a structure 200 at a substrate temperature of about 500 °C. In some instances, a cold aluminum nucleation layer was deposited at substrate temperatures of about 50 °C prior to deposition of the remaining aluminum at 500 °C. Due to the improved surface on the sidewall of the barrier layer structure 200 which was obtained using IMP, it was possible to eliminate the need to use cold aluminum nucleation layer, so that only one aluminum deposition chamber was necessary. Further, warm aluminum deposition over a temperature ranging from about 350 °C to about 450 °C became feasible. When the specialized barrier layer structure 200 of the present invention is used, a further benefit of high {111} crystallographic orientation aluminum is obtained. Further, particularly high aspect ratio vias can be filled.

#### **EXAMPLE TWO:**

To obtain an aluminum fill of the via where the crystallographic {111} content was sufficiently high to prevent electromigration, the structure of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer 200 was adjusted as follows.

The thickness of the first layer 212 of ion-deposition sputtered Ti was about 300 Å; the thickness of the second layer 214 of reactive ion-deposition sputtered TiN was about 250 Å; and the thickness of the third layer 216 of reactive ion-deposition sputtered TiN<sub>x</sub> was about 250 Å. The composition of the TiN<sub>x</sub> layer 216 ranged from 50 atomic % Ti initially to toward about 100 atomic % Ti toward the surface of layer 216.

Aluminum was sputtered over the surface of via 213 using traditional sputtering, at a temperature of about 400 °C and at a pressure of about 2 mT.

The {111} crystallographic content of the aluminum fill was about 100 % (no 200 was observed on the XRD curve). Further, the reflectivity of the aluminum

(19/31)

surface was about 199 %.

With reference to Figures 3A through 3D, these figures illustrate the XRD curves for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN, barrier layer overlying a flat silicon oxide surface.

Figure 3A is the XRD curve 310 for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer fabricated using the techniques described above, where the Ti first layer is about 100 Å thick; the TiN second layer is about 800 Å thick, and the TiN<sub>x</sub> third layer is about 150 Å thick. The process conditions used during fabrication of the barrier layer included a substrate (wafer) temperature of about 200 °C during the application of each layer; a DC/RF Power Ratio (this power ratio will be described in more detail subsequently) of about 3.3; a Bins to the substrate of about 100 W; and a process chamber pressure of about 30 mT during application of each of the layers. Warm aluminum was sputtered over the surface of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer using traditional sputtering at a substrate temperature of about 400 °C and at a pressure of about 2 mT. The power ratio mentioned above refers to the DC power applied to the sputtering target divided by the RF power to the ionizing device (coil); an example would be 7 kW to the sputtering target and 2 kW to the RF coil, for a power ratio of 3.5.

As indicated by XRD curve 310, with the Intensity of diffraction in arbitrary units indicated on the "y" axis and labeled "312", and 20 (twice the angle of incidence) indicated in degrees on the "x" axis and labeled "314", the crystal orientation content of the aluminum includes both the desired {111} orientation 316 and undesired {200} orientation 319 (shown enlarged at 318). The weak signal of the {111} orientation which produced a peak height of only about 3,000 is a further indication of the more polycrystalline nature of the warm deposited aluminum. The presence of the undesired {200} orientation aluminum is attributed to the thickness of the TiN layer being 800 Å.

(20/31)

Figure 3B is the XRD curve 320 for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer fabricated using the techniques described above, where the Ti first layer is about 100 Å thick; the TiN second layer is about 250 Å thick, and the TiN<sub>x</sub> third layer is about 150 Å thick. The process conditions used during fabrication of the barrier layer included a substrate (wafer) temperature of about 200 °C during the application of each layer; a DC/RF Power Ratio of about 3.3; a Bias to the substrate of about 100 W; and a process chamber pressure of about 30 mT during deposition of each layer of the barrier layer structure. Warm aluminum was sputtered over the surface of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer using traditional sputtering at a substrate temperature of about 400 °C and at a pressure of about 2 mT.

As indicated by XRD curve 320, with the Intensity of diffraction indicated on the "y" axis and labeled "322", and 20 indicated on the "x" axis and labeled "324", the crystal orientation content of the aluminum is limited to the desired {111} orientation, with none of the undesired {200} orientation (which would appear in enlargement 328). The stronger signal of the {111} orientation, which produced a peak height of about 14,000, is a further indication of the higher degree of {111} content in the warm deposited aluminum.

The barrier layer structure which enabled the deposition of the aluminum having the XRD curve shown in Figure 3B is one of the more preferred embodiments of the present invention.

Figure 3C is the XRD curve 330 for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer fabricated using the techniques described above, where the Ti first layer is about 100 Å thick; the TiN second layer is about 250 Å thick, and the TiN<sub>x</sub> third layer is about 150 Å thick. The process conditions used during fabrication of the barrier layer included a substrate (wafer) temperature of about 400 °C during the application of each layer; a DC/RF Power Ratio of about 3.3; a Bias to the substrate of about 100 W; and a process chamber pressure of about 30 mT

(21/31)

during application of the each layer of the barrier layer structure. Warm aluminum was sputtered over the surface of the Ti/TiN/TiN, barrier layer using traditional sputtering at a substrate temperature of about 400 °C and at a pressure of about 2 mT.

As indicated by XRD curve 330, with the Intensity of diffraction indicated on the "y" axis and labeled "332", and 20 indicated on the "x" axis and labeled "334", the crystal orientation content of the aluminum includes both the desired {111} orientation 336 and undesired {200} orientation 339 (shown enlarged at 338). The extremely weak signal of the {111} orientation, which produced a peak height of only about 34, is an indication that the degree of polycrystalinity of the aluminum is significantly greater than that of the aluminum layer illustrated in Figure 3A. This is further supported by an increased peak height for the {200} crystal orientation fraction of the aluminum. The presence of the undesired {200} orientation aluminum is attributed to the 400 °C deposition temperature used for each of the three barrier layers.

Figure 3D is the XRD curve 340 for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer fabricated using the techniques described above, where the Ti first layer is about 300 Å thick; the TiN second layer is about 250 Å thick, and the TiN<sub>x</sub> third layer is about 150 Å thick. The process conditions used during fabrication of the barrier layer included a substrate (wafer) temperature of about 200 °C during the application of each layer; a DC/RF Power Ratio of about 3.3; a Bias to the substrate of about 100 W; and a process chamber pressure of about 30 mT during application of the Ti and TiN layer, but with the process chamber pressure reduced to about 10 mT during application of the TiN<sub>x</sub> layer. Warm aluminum was sputtered over the surface of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer using traditional sputtering at a substrate temperature of about 400 °C and at a pressure of about 2 mT.

As indicated by XRD curve 340, with the Intensity of diffraction indicated on the "y" axis and labeled "342", and 20 indicated on the "x" axis and labeled "344",

(22/31)

the crystal orientation content of the aluminum is limited to the desired {111} orientation 346, without the presence of any {200} orientation (which would appear in the enlargement at 348). The very strong signal of the {111} orientation, which produced a peak height of about 27,000, is a further indication of the higher degree of {111} content in the warm deposited aluminum (significantly higher that obtained for the other preferred embodiment of the invention illustrated in Figure 3B, where the TiN<sub>x</sub> layer was deposited at 30 mT). The barrier layer structure which enabled the deposition of the aluminum having the XRD curve shown in Figure 3D is one of the more preferred embodiments of the present invention.

Figure 4 illustrates the reflectivity for three of the four aluminum/Ti/TiN/TiN, structures described above and for one different structure. In particular, bar graph 400 shows the percent reflectivity (with Si as a reference) on the "y" axis, labeled "410". Each bar on the "x" axis represents a different aluminum/Ti/TiN/TiN, structure.

Bar 412 shows the reflectivity of the aluminum layer for the aluminum/Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> structure illustrated in the XRD curve shown in Figure 3B. Bar 414 shows the reflectivity an aluminum layer deposited over a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> structure where the method used to produce the entire aluminum/Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> structure was the same as that used to produce the entire Figure 3B structure, but the thickness of the Ti layer is 300 Å. Bar 416 shows the reflectivity of the aluminum layer for the aluminum/Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> structure illustrated in the Figure 3A XRD curve. And, Bar 418 shows the reflectivity of the aluminum layer for the aluminum/Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> structure illustrated in the Figure 3C XRD curve.

Figure 4 illustrates that, in general, a higher aluminum (111) crystal orientation correlates directly with increased aluminum reflectivity.

An even further improvement in reflectivity (and accompanying reduction in surface roughness of the aluminum layer) can be obtained by altering the composition gradient of the third layer TiN<sub>x</sub>. We have discovered that by increasing the thickness

(23/31)

of the pure Ti which deposits at the end of the TiNx deposition step, an improvement in reflectivity and a smoother-surfaced aluminum can be obtained. In particular, reflectivity was increased from about 210 % to about 220 % and surface roughness (determined using AFM) was reduced from about 78 Å to about 47 Å.

Figures 5 A and 5B represent XRD curves for warm aluminum applied over the surface of a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layers fabricated to have a different thickness of Ti at the end of the TiN<sub>x</sub>, deposition. The barrier layer structures were fabricated using the techniques described above. In particular, the thickness of the first Ti layer was 300 Å, and the thickness of the second TiN layer was 250 Å in each case. All barrier layers were deposited at a substrate temperature of about 200 °C and at a process chamber pressure of 10 mT.

Figure 5A shows the XRD curve 510 for warm aluminum applied over the surface of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer where the TiN<sub>x</sub> deposition time was about 15 seconds, and the resulting thickness of the TiN<sub>x</sub> layer was about 180 Å. The diffraction Intensity is shown on the "y" axis and labeled "512"; and,  $2\theta$  is indicated on the "x" axis and labeled "514". Curve 510 exhibits a strong {111} aluminum crystal orientation peak 516 of about 28,000 in intensity and no detectable presence of {200} crystal orientation. The reflectivity for the aluminum surface is about 210 % and the AFM surface roughness is about 78 Å.

Figure 5B shows the XRD curve 520 for warm aluminum applied over the surface of the Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer where the TiN<sub>x</sub> deposition time was about 30 seconds, and the resultant thickness of the TiN<sub>x</sub> layer was about 360 Å. The diffraction Intensity is shown on the "y" axis and labeled "522"; and, 2  $\theta$  is indicated on the "x" axis and labeled "524". Curve 520 exhibits a strong {111} aluminum crystal orientation peak 526 of about 39,000 in intensity and no detectable presence of {200} crystal orientation. The reflectivity for the aluminum surface is about 220 % and the AFM surface roughness is about 47 Å.

(24/31)

# IV. THE METHOD OF APPLICATION OF BARRIER LAYERS AND ALUMINUM

The apparatus in which the preferred embodiments described herein were fabricated was the Endura® Integrated Processing System previously described, and the elements shown in Figure 1 were present within one of the low pressure process chambers contained within the Integrated Processing System.

#### **EXAMPLE THREE:**

The description which follows pertains to the fabrication of a Ti/TiN/TiN $_{\rm x}$  barrier layer over the surface of a 0.25  $\mu$  feature size via having an aspect ratio of about 5:1.

With reference to Figure 2, the via was created by dry etching through the silicon dioxide layer 211 to silicon base 210. Structure 200 comprised three layers: Ti/TiN/TiN<sub>x</sub>. The first layer of Ti was ion-deposition sputtered (IMP sputtered) upon the surface of both silicon dioxide layer 211 and silicon base 210; a second layer of reactive ion-deposition sputtered (reactive IMP sputtered) TiN layer 214 was deposited overlying first titanium layer 212; and a third ion-deposition sputtered TiN<sub>x</sub> layer 216 was deposited overlying titanium nitride layer 214. (Upon ion-sputtering of titanium layer 212, a thin layer of titanium silicide 224 is typically formed at the bottom of via 213 upon high temperature annealing). Structure 200 was then filled with a conductive layer 219.

To obtain an ion-deposition sputtering rate of about 700 Å per minute of Ti upon the surface of an 8 inch (20.3 cm) diameter substrate, 2 MHz (≈2.5 kW) of RF power was applied to coil 114 while 4 kW of DC power was applied to titanium target cathode 112, and a DC bias of about 100 Watts was applied to substrate platen electrode 120. The Ti deposition was carried out at about 30 mT. This pressure corresponded to an argon feed rate of about 65 secm. The temperature on the substrate surface was about 200 °C.

(25/31)

To obtain a reactive ion-deposition sputtering rate for TiN of about 250 Å per minute over the Ti first layer surface, 2 MHz (≈2.5 kW) of RF power was applied to coil 214 while 5 kW of DC power was applied to titanium target cathode 212, and a DC bias of about 100 Watts was applied to substrate platen electrode 220. The TiN deposition was carried out at about 30 mT. This pressure corresponded to an argon feed rate of about 10 sccm and a nitrogen feed rate of about 70 sccm in the Applied Materials Endura ® Integrated Process System. The temperature on the substrate surface was about 200 °C.

To obtain a reactive ion-deposition sputtering rate for TiN<sub>x</sub> of about 600 Å per minute upon the TiN second layer surface, the process conditions were set at those specified for the TiN second layer; however, at the beginning of the sputtering of the TiN<sub>x</sub> layer, the flow of nitrogen gas to the process chamber was discontinued. Since the titanium target becomes nitrided during the TiN deposition, TiN continues to be produced for a limited time period after the nitrogen gas flow is discontinued. Typically, under the operational conditions specified with reference to the TiN deposition, but with the flow of nitrogen gas to the chamber discontinued, the nitrided portion of the target is sputtered away within 5 to 10 seconds. The thicker the TiN second layer, the longer the time period before the nitrided portion of the target is sputtered away. In this particular instance, the TiN<sub>x</sub> layer deposition was carried out for a period of about 15 seconds after the flow of nitrogen to the process chamber was discontinued.

Subsequently an aluminum layer about 6,000 Å thick was sputtered upon the via surface using traditional sputtering techniques, a substrate temperature of about 400 °C, and a pressure of about 2 mT. Complete via fill (with essentially no voids evidenced in the photomicrographs) was achieved for the contact vias using the Ti/TiN/TiN, barrier/wetting layer fabricated as described above.

(26/31)

## V. THE COMPOSITION OF INDIVIDUAL LAYERS IN THE BARRIER LAYER STRUCTURE

Figures 6A through 6C show the atomic composition of the three barrier layers as analyzed from the top, through the TiN<sub>x</sub> third layer, then the TiN second layer, and then the Ti first layer which lies over a silicon oxide substrate.

Graph 610 shown in Figure 6A illustrates the composition of the particular barrier layer as the layers are sputtered away during the XPS analytical process. The atomic composition of the material being sputtered using argon ions is represented on the "y" axis, labeled as "612" and is in atomic percent. The time into the analytical process is presented on the "x" axis, labeled "614" and is in seconds. Curve 616 represents the Ti content of the layer being analyzed and curve 618 represents the N content of the layer being analyzed. Curve 620 represents oxygen which is an artifact from cratering of the substrate during the analytical process sputtering. Curve, 622 represents silicon which is also an artifact of the analytical technique.

Graph 610 is representative of a barrier layer having a Ti thickness of about 100 Å; a TiN thickness of about 250 Å, and a TiN, thickness of about 100 Å, where the TiN, layer deposition was continued for a period of about 8 seconds after the flow of nitrogen gas flow to the deposition process chamber was shut off.

Graph 630 shown in Figure 6B illustrates the composition of a second barrier layer structure determined using the analytical technique described with reference to Figure 6A. The atomic composition of the layer being analyzed is represented on the "y" axis, labeled as "632" and is in atomic percent. The time into the analytical process is presented on the "x" axis, labeled as "634" and is in seconds. Curve 636 represents the Ti content of the layer being analyzed, and Curve 638 represents the N content of the layer being analyzed. Curve 640 represents oxygen artifact and Curve 642 represents the silicon artifact.

Graph 630 is representative of a barrier layer having a Ti thickness of about

(27/31)

200 Å; a TiN thickness of about 500 Å, and a TiN<sub>x</sub> thickness of about 100 Å, where the TiN<sub>x</sub> layer deposition was again continued for a period of about 8 seconds after the flow of nitrogen gas to the deposition process chamber was shut off.

Graph 650 shown in Figure 6C illustrates the composition of a third barrier layer structure determined using the analytical technique described with reference to Figure 6A. The atomic composition of the layer being analyzed is represented on the "y" axis, labeled as "652" and is in atomic percent. The time into the analytical process is presented on the "x" axis, labeled as "654" and is in seconds. Curve 656 represents the Ti content of the layer being analyzed, and Curve 658 represents the N content of the layer being analyzed. Curve 660 represents oxygen artifact and Curve 662 represents the silicon artifact.

Graph 650 is representative of a barrier layer having a Ti thickness of about 200 Å; a TiN thickness of about 250 Å, and a TiN<sub>x</sub> thickness of about 250 Å, where the TiN<sub>x</sub> layer deposition was continued for a period of about 20 seconds after the flow of nitrogen gas to the deposition process chamber was shut off.

These structures are obtainable in a single process chamber, using a single Ti sputtering target, and can be fabricated in a continuous process. The simplicity of producing such barrier layer structures, combined with the excellent functionality of the barrier layers makes them especially attractive for semiconductor device fabrication. In particular, using the barrier layer structures and the fabrication methods disclosed herein enables the formation of aluminum-comprising layers having high aluminum {111} crystal orientation which reduces electromigration problems. Further, using the barrier layer structures and the fabrication methods disclosed herein enables the formation of high reflectivity aluminum-comprising layers which are useful in lithographic indexing.

The above described preferred embodiments are not intended to limit the scope

(28/31)

of the present invention, as one skilled in the art can, in view of the present disclosure expand such embodiments to correspond with the subject matter of the invention claimed below.

(29/31)

### 4. Brief Description of Drawings

Figure 1 shows a schematic of the elements of a process chamber which enable physical vapor deposition augmented by an ion metal plasma (IMP).

Figure 2 illustrates a schematic of a conductive contact 218 formed within a high aspect ratio via 213 using the methods and the apparatus described in the present disclosure.

Figure 3A shows the X-ray diffraction (XRD) curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN, barrier layer of the kind described with reference to U.S. Patent Application, Serial No. 08/511,825, of Xu et al. This aluminum film exhibits a lower {111} crystal orientation content than desired and exhibits a reflectivity of less than about 50 % (measured by nanoscope with Si as a reference).

Figure 3B shows the XRD curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN, barrier layer created using a first preferred embodiment method described herein. This aluminum film exhibits a high {111} content and exhibits a reflectivity of about 195%.

Figure 3C shows the XRD curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer using the preferred embodiment method used to create the barrier layer illustrated in Figure 3B, except that the substrate temperature during deposition of the barrier layer was substantially higher. This aluminum film exhibits a lower {111} content than desired and exhibits a reflectivity of less than about 50 %

(30/31)

Figure 3D shows the XRD curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer created using a second preferred embodiment method described herein. This aluminum film exhibits a high {111} content and exhibits a reflectivity of about 210%.

Figure 4 is a bar graph showing the relative reflectivities for aluminum films deposited over a Ti/TiN/TiN, barrier layer having the structure and fabricated using the first and second preferred embodiment methods disclosed herein, in comparison with the reflectivities for aluminum films deposited over a Ti/TiN/TiN, barrier layer having prior art structures and fabricated using prior art methods.

Figure 5A shows an XRD curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer having a structure and fabricated using a third preferred embodiment method disclosed herein. This aluminum film exhibits an AFM roughness (rms) of about 78 Å.

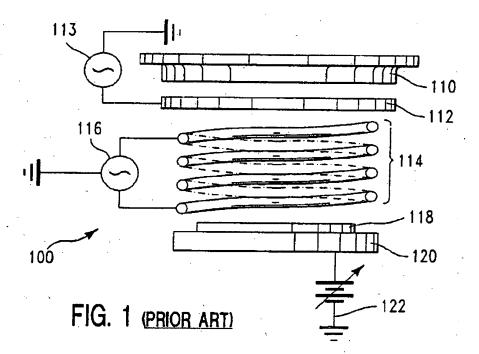
Figure 5B shows an XRD curve for an aluminum film deposited over a Ti/TiN/TiN<sub>x</sub> barrier layer having a structure and fabricated using a fourth preferred embodiment method disclosed herein. This aluminum film exhibits an AFM roughness of about 47 Å.

Figure 6A illustrates an atomic composition profile for a Ti/TiN/ TiN<sub>x</sub> barrier layer having a cross-sectional thickness profile of 100 Å Ti/ 250 Å TiN/ 100 Å TiN<sub>x</sub>.

Figure 6B illustrates an atomic composition profile for a Ti/TiN/ TiN<sub>x</sub> barrier layer having a cross-sectional thickness profile of 200 Å Ti/ 500 Å TiN/ 100 Å TiN<sub>x</sub>.

(31/31)

Figure 6C illustrates an atomic composition profile for a Ti/TiN/ TiN<sub>x</sub> barrier layer having a cross-sectional thickness profile of 200 Å Ti/ 250 Å TiN/ 250 Å TiN<sub>x</sub>.



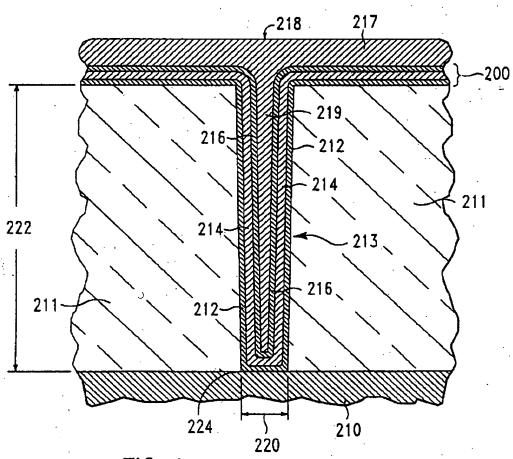
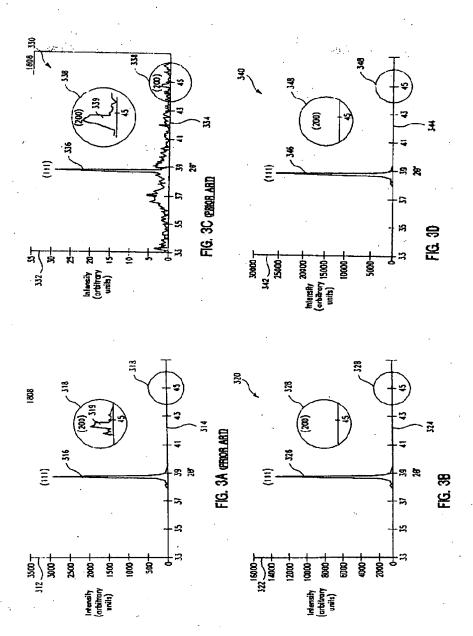
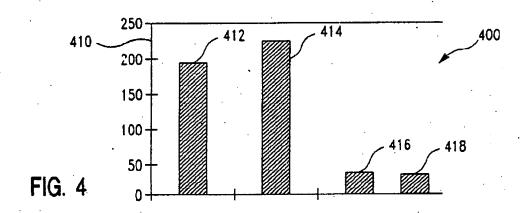


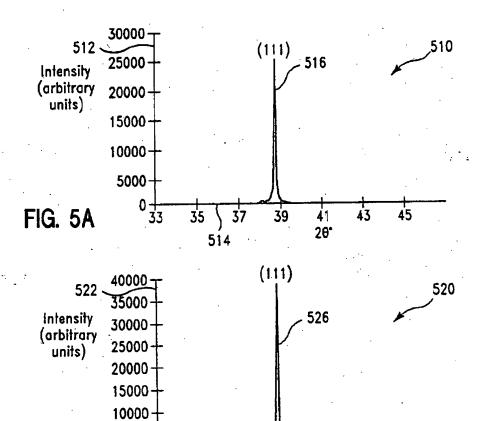
FIG. 2 (PRIOR ART)



P 9 8 A M - 0 4 2

(4)





41 20°

43

45

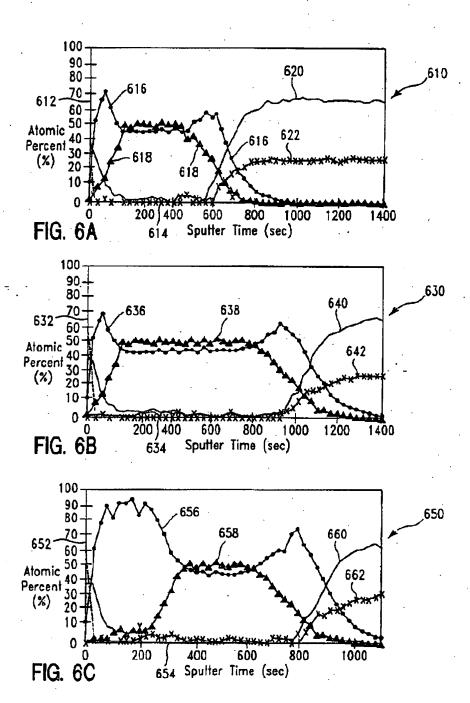
39

524

5000-

FIG. 5B

0+



#### 1. Abstract

#### ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

The present disclosure pertains to particular Ti/TiN/TiN, barrier/wetting layer structures which enable the warm aluminum filling of high aspect vias while providing an aluminum fill exhibiting a high degree of aluminum {111} crystal orientation. It has been discovered that an improved Ti/TiN/TiN, barrier layer deposited using IMP techniques can be obtained by increasing the thickness of the first layer of Ti to range from greater than about 100 Å to about 500 Å (the feature geometry controls the upper thickness limit); by decreasing the thickness of the TiN second layer to range from greater than about 100 Å to less than about 800 Å (preferably less than about 600 Å); and, by controlling the application of the TiN, third layer to provide a Ti content ranging from about 50 atomic percent titanium (stoichiometric) to about 100 atomic percent titanium. Preferably the TiN, third layer is formed at the end of the deposition of the TiN second layer and exhibits a Ti content gradient which begins at a stoichiometric, 50 atomic percent, Ti content and ends at a Ti content of about 100 atomic percent. The thickness of the TiN, third layer preferably ranges from about 15 A to about 500 A. The improved Ti/TiN/TiN, barrier layer enables the deposit of a warm aluminum interconnect or a warm aluminum via fill where the aluminum exhibits a high {111} crystallographic content. Further, the aluminum layer obtained exhibits a reflectivity of 150 percent or greater at 436 nm. A Ti/TiN/TiN, barrier layer having this structure, used to line a contact via, enables complete filling of via with sputtered warm aluminum, where the feature size of the via or aperture, is about 0.25 micron or less and the aspect ratio ranges from about 5: 1 to as high as about 6:1.

#### 2. Representative Drawing

Fig. 5